

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS

DISSERTAÇÃO

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES DE
MATERIAIS FRACAMENTE CONDUTORES DEPOSITADOS
POR *MAGNETRON SPUTTERING* PARA USO EM
ISOLADORES ELÉTRICOS DE PORCELANA**

Área de Concentração: Materiais Particulados

Mestrando: Jaime Domingos Teixeira

Orientador: Prof. Dr. Eng. Orestes Estevan Alarcon

Coorientador: prof. Dr. Sérgio Artur Bianchini Bilac

Florianópolis, maio de 2007

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES DE
MATERIAIS FRACAMENTE CONDUTORES DEPOSITADOS
POR *MAGNETRON SPUTTERING* PARA USO EM
ISOLADORES ELÉTRICOS DE PORCELANA**

JAIME DOMINGOS TEIXEIRA

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO GRAU
DE MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS, ÁREA DE
CONCENTRAÇÃO MATERIAIS PARTICULADOS**

Prof. Dr. Orestes Estevam Alarcon

Orientador

Prof. Dr. Sérgio Artur Bianchini Bilac

Coorientador

Prof. Dra. Coordenadora do Programa Ana Maria Maliska

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Márcio Celso Fredel

Prof. Dr. André Avelino Pasa

Prof. Dr. Carlos Antônio Queiroz

Aos meus pais Domingos e Venina Teixeira
pela benção da vida, aos meus companheiros
de jornada, minha esposa Dilmar e meus
filhos Mateus e Marina.

AGRADECIMENTOS

Seriam necessárias muitas páginas ao registro dos agradecimentos, pois inúmeros seriam os citados. Entretanto, mesmo correndo risco de cometer alguma injustiça agradecerei alguns colaboradores.

Primeiramente agradeço a Deus pelos momentos de inspiração na realização deste trabalho.

Aos professores Orestes Estevan Alarcon e Sérgio Artur Bianchini Bilac que sabiamente orientaram e propuseram o tema. Salientando que o professor Bilac, mesmo fragilizado em sua saúde, não se abateu, muito me ensinando sobre o tema e a vida.

Igualmente agradeço aos professores e companheiros César Augusto Fontanella, Manoel Alfredo Pereira, e Suzy Pascoali pela valorosa colaboração neste trabalho.

Ao meu sobrinho Leandro Medeiros da Costa pela colaboração na correção ortográfica.

Aos professores do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Aloísio Nelmo Klein, Antônio Pedro Novaes de Oliveira, Celso Peres, Dachamir Hotza e Paulo Antonio Pereira Wendhausen. Também ao Secretário Rogério Antonio Campos, por estar sempre disponível durante todos esses anos.

Aos professores do Laboratório de Metrologia do CEFET/SC, pelo uso deste na realização do ensaio de resistência elétrica superficial.

A secretária do professor Orestes, Renata, por sua atenção.

Aos meus colegas do CEFET/SC Jânio Rodrigues Lopes, Hélio Ormeu Ribeiro, Zizimo Moreira Filho, Carlos Ernani Veiga pelas sugestões e companheirismo.

À empresa Flabeg do Brasil Ltda pela confecção dos filmes de cromo.

A bolsista de iniciação científica Tatiane Eufrásio pelo ensaio de ângulo de contato.
Aos professores do departamento de Física do CEFET/SC pelo companheirismo.

E a todos aqueles que, de maneira direta ou indireta, contribuíram para a realização deste trabalho.

“Claro que há respostas certas e erradas. O equívoco está em ensinar ao aluno que é disto que a ciência, o saber; a vida são feitas.

E com isto, ao aprender as respostas certas, os alunos desaprendem a arte de se aventurar e de errar, sem saber que, para uma resposta certa, milhares de tentativas devem ser feitas. Espero que haja um dia em que os alunos serão avaliados também pela ousadia de seus vôos!...Pois isto também é conhecimento.”

Rubem Alves

RESUMO

A Corrente de fuga superficial em isoladores de baixa e alta voltagem contribui com as perdas na transmissão e distribuição de energia elétrica. As correntes de fuga aumentam, Em regiões poluídas e próximas ao litoral, provocando descargas superficiais que eventualmente podem provocar o *flashover*. Para contornar esse problema usa-se SnO_2 adicionado no esmalte que recobre o isolador. Filmes fracamente condutores podem ser depositados sobre placas de vidro, utilizando a técnica *magnetron sputtering*, tendo em vista a adaptação de seu uso na superfície de isoladores elétricos. Esta camada condutiva melhora as propriedades superficiais do isolador para evitar descargas superficiais (*flashover*). Foi utilizado o cromo (Cr) como material condutor por suas características favoráveis e disponibilidade de deposição. Foram feitas medidas de resistividade e de resistência superficial dos filmes por duas técnicas: sonda de quatro pontas e resistência dos quadrados. Foram feitas também medidas de temperatura de equilíbrio, medidas de ângulo de contato, transmitância óptica e difratometria de raios X. Os resultados encontrados mostraram a formação de filmes de cromo sobre as placas de vidro com resistividade e resistências superficiais crescentes à medida que são depositados com espessuras menores. Conseguiu-se confeccionar filmes com valores de resistências utilizáveis para equalizar a voltagem na superfície do isolador, e também promover seu aquecimento para evaporação de umidade acumulada.

ABSTRACT

Superficial leakage currents in low and high voltage insulators contribute for electric power distribution and transmission losses. In polluted areas near the coastline such currents increase and generate superficial discharges which eventually can cause flashover. With the aim of coping with that problem SnO_2 was used in addition to a varnish insulation coating. Low conducting chrome films were coated on glass plates by applying the magnetron sputtering technique and having in mind the adaptation of their use in electrical insulators surface. Such conductive layer improves the insulator superficial properties in order to avoid flashover. Chrome (Cr) was used as conducting material for its favorable features and deposition availability. Film superficial resistances electrical measurements were made by means of two techniques; four point probes, Ω/\square . Temperature balance measurements, contact angle measurements, optical transmission as well as X – ray diffraction were made too. Findings revealed the formation of chrome films on the glass plates with increasing superficial resistances according to thickness. Findings showed the formation of chrome films on glass plates with increasing superficial resistivity and resistance according to lower deposit thickness. Films with higher resistance values were used to equalize voltage in the insulator surface and heat them in order to make the accumulated humidity evaporation possible.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 2.1 – Isolador com linha de fuga isolada.	22
FIGURA 2.2 – Isolador para névoa.	22
FIGURA.2.3 – Condução pela massa do isolador.	23
FIGURA 2.4 – Condução pela superfície do isolador.	24
FIGURA.2.5 – Isolador perfurado.	24
FIGURA 2.6 – Descarga disruptiva pelo ar.	25
FIGURA.2.7 – Linha de fuga.	26
FIGURA 2.8 – Distância disruptiva.	26
FIGURA 2.9 – Etapas para ocorrência de <i>flashover</i> . 1.deposição de contaminantes. 2. umidificação da superfície.3. formação de bandas secas e arcos parciais. 4. <i>flashover</i> .	28
FIGURA 2.10– Trajetória de um elétron que é defletido por eventos por eventos de espalhamentos.	32
FIGURA 2.11– Resistividade do filme do níquel em função da espessura.	34
FIGURA 2.12– Esboço do método de duas pontas.	35
FIGURA 2.13– Sonda de quatro pontas.	38
FIGURA 2.14– Esquema da sonda de quatro pontas.	39
FIGURA 2.15– Esquema para determinar a resistência superficial em ohm por quadrado.	40
FIGURA 2.16– Descarga de plasma DC diodo mostrando a ionização provocada por elétrons acelerados entre dois eletrodos.	43
FIGURA 2.17– Relação entre voltagem x corrente para vários tipos de descargas de plasma entre dois eletrodos.	44
FIGURA 2.18– Eventos que ocorrem junto ao alvo em interação com o plasma.	47
FIGURA 2.19– Esquema de sputtering convencional.	47
FIGURA 2.20– Cinética de partículas (a) sputtering convencional (b) magnetron sputtering.	49

FIGURA 2.21–	Configuração do plasma (a) sputtering convencional (b) magnetron sputtering.	50
FIGURA 2.22–	Nucleação e crescimento dos filmes durante a condensação heterogênea.	52
FIGURA 3.1 –	Esquema do sputtering “ <i>In Line</i> ”.	54
FIGURA 3.2 –	Fotografia do goniômetro usado no ensaio de ângulo de contato.	59
FIGURA 3.3 –	(a) fotografia do equipamento da sonda de quatro pontas, (b) Circuito elétrico.	60
FIGURA 3.4 –	(a) fotografia do circuito elétrico (b) Circuito elétrico para medida de resistência superficial (ohm/quadrado).	62
FIGURA 3.5 –	Representação da amostra para medida de resistência superficial pelo método ohm quadrado.	62
FIGURA 3.6 –	Circuito elétrico com termômetro para medida de temperatura de equilíbrio.	64
FIGURA 4.1 –	Difratogramas de Raio X para as amostras B, C, D e E.	66
FIGURA 4.2 –	Espectroscopia do UV-visível para o vidro e filmes de cromo A, B, C, D e E.	67
FIGURA 4.3 –	Gráfico comparativo das medidas de transmitância em 555nm para as amostras vidro, A, B, C, D e E.	68
FIGURA 4.4–	Gráfico de barras representando o valor médio e o desvio padrão dos ângulos de contato entre a água e vidro, esmalte cerâmico e filmes de cromo B, C, D e E.	69
FIGURA 4.5 –	Representação gráfica de $V \times I$ pelo método da sonda de quatro pontas para as amostras A, B, C, D e E.	72
FIGURA 4.6 –	Gráfico da resistividade do filmes de Cromo em função da espessura.	74
FIGURA 4.7–	Representação gráfica de $V \times I$ pelo método ohm/quadrado para as amostras A, B, C, D e E.	76
FIGURA 4.8–	Gráfico da resistividade do filmes de cromo em função da espessura.	78

FIGURA 4.9– Gráfico de barras comparando a resistividade dos filmes pelos 79
métodos da sonda de quatro pontas e ohm/quadrado.

FIGURA 4.10– Gráfico de barras representando a média da variação de 82
temperatura dos filmes , B, C,D e E.

LISTA DE TABELAS

TABELA 3.1 –	Parâmetros de deposição dos filmes.	55
TABELA 3.2 –	Percepção de cor e comprimento de onda.	58
TABELA 4.1 –	Valores de transmitância (%) para o vidro e para as amostras A, B, C, D e E.	68
TABELA 4.2 –	Ângulos de contato das amostras B, C, D e E do vidro e do esmalte.	70
TABELA 4.3 –	Resistividade superficial pelo método da sonda de quatro pontas para as amostras A, B, C, D e E.	73
TABELA 4.4 –	Resistividade dos filmes A, B, C, D e E, pelo método da sonda de quatro pontas.	74
TABELA 4.5 –	Resistência superficial pelo método ohm/quadrado para as amostras A, B, C, D e E.	77
TABELA 4.6 –	Resistividade dos filmes A, B, C, D e E, pelo método resistência superficial de um quadrado.	77
TABELA 4.7 –	Temperatura de equilíbrio das amostras B, C, D e E.	81

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
ANEEL	Agencia Nacional de Energia Elétrica
CEFET/SC	Centro Federal de Educação Tecnológica de Santa Catarina
CERMET	Cerâmica-metal
Cr	Cromo
CVD	Chemical Vapor Deposition
DC	Corrente Contínua
DRX	Difratometria de Raios X
InO	Óxido de Índio
kV	Quilovolts
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
Ni	Níquel
NiCr	Níquel-Cromo
R	Resistência elétrica
Rs	Resistência elétrica superficial
SiO ₂	Dióxido de Silício
SnO ₂	Dióxido de Estanho
SP	São Paulo
TaN	Nitreto de Tântalo
TiO ₂	Dióxido de Titânio
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
UV	Ultravioleta
σ	Condutividade elétrica
ρ	Resistividade elétrica

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.2 Objetivos.....	20
2 PESQUISA BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1 Isoladores Elétricos.....	21
2.1.1 Características que Definem um Isolador.....	25
2.2 Flashover (Descargas Superficiais).....	27
2.3 Condução Elétrica.....	29
2.3.1 Mobilidade Eletrônica.....	31
2.4 Métodos Experimentais para Medidas de Resistividade Elétrica <i>DC</i>	34
2.4.1 Medida da Resistividade de um Material pelo Método de Duas Pontas.....	35
2.4.2 Método da Sonda de Quatro Pontas (ou de Quatro Terminais).....	36
2.4.2.1 Cálculo de Resistividade Elétrica de Amostras Volumosas.....	38
2.4.2.2 Cálculo de Resistividade Elétrica em Filmes Finos Sobre Substrato isolante	39
2.4.2.3 Resistência Superficial em Filmes Finos Sobre Substrato Isolante	39
2.5 Processos de Deposição por Sputtering.....	42
2.5.1 Filmes Finos.....	42
2.5.2 Mecanismo da Descarga.....	43
2.5.3 Interações entre o Plasma e a Superfície do Alvo.....	46
2.5.4 Sputtering Convencional.....	47
2.5.5 Magnetron Sputtering.....	48
2.5.6 Nucleação e Formação do Filme.....	50

3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	53
3.1 Preparação dos Filmes.....	53
3.2 Caracterização das Amostras.....	55
3.2.1 Difratometria de Raios X (DRX).....	56
3.2.1.1 Descrição da Técnica.....	56
3.2.2 Espectroscopia de UV-Visível (Transmitância).....	57
3.2.3 Ângulo de Contato.....	58
3.2.4. Medida de Resistividade e de Resistência Superficial.....	59
3.2.4.1 Sonda de Quatro Pontas.....	60
3.2.4.2 Resistência Superficial (Ohm/Quadrado).....	61
3.2.5 Medida de Temperatura de Equilíbrio.....	63
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	65
4.1. Difratometria de Raios X.....	65
4.2 Espectroscopia de UV-Visível (Transmitância).....	66
4.3 Ângulo de Contato.....	69
4.4. Medidas de Resistividade e de Resistência Superficial	71
4.4.1 Resistividade medida pela Sonda de Quadro Pontas.....	71
4.4.2 Resistência Superficial de Um Quadrado.....	75
4.5 Medida de Temperatura de Equilíbrio.....	80
5 CONCLUSÕES E SUGETÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	83
5.1 Conclusões	83
5.2 Sugestões para Resolver as Restrições do Processo Investigativo e Trabalhos Futuros.....	85
REFERÊNCIAS.....	87

1 INTRODUÇÃO

O aumento constante da população e o desenvolvimento sócio-econômico de um país implicam na demanda de energia de todos os tipos, a energia elétrica não é uma exceção. Tanto o aumento da produção, como a diminuição de perdas de energia elétrica são fundamentais nos processos de geração, transmissão e distribuição.

As correntes de fuga nos isoladores elétricos são um dos fatores que contribuem para as perdas de energia elétrica nos processos de transmissão e distribuição. Essas se intensificam e provocam o aparecimento de descargas elétricas superficiais. Nos isoladores que trabalham em regiões sujeitas a poluição atmosférica e no litoral, estas descargas são tão severas que eventualmente podem levar à ocorrência do fenômeno de *flashover*.

O fenômeno de *flashover* (PRADO, 1995) é a ocorrência de arco voltaico entre os condutores, ou partes energizadas, e partes aterradas da estrutura de sustentação das linhas de energia elétrica, através das camadas de poluição ou de sais depositados na superfície dos isoladores.

Isoladores cerâmicos são utilizados como isolantes dos condutores na transmissão de energia elétrica em grandes distâncias, esses apresentam bom desempenho mecânico na fixação de cabos condutores. São fabricados em porcelanas especiais que apresentam excelente resistência dielétrica e boa resistência superficial às intempéries (RICHERSON, 1992); e por serem inertes e apresentarem boa estabilidade, conseguem suportar consideráveis quantidades de descargas elétricas sem comprometimento de sua superfície.

Os óxidos metálicos, que estão presentes na superfície de isoladores convencionais, apresentam alta energia superficial e conseqüentemente alta molhabilidade, o que provoca a formação de uma película de água, que se for contínua por toda a superfície do isolador, poderá conduzir corrente elétrica fechando um arco, isto é, um

flashover (LIEBERMANN, 2002). Este problema, o *flashover*, sendo detectado pelo sistema de segurança desligará a rede de transmissão de energia elétrica.

O problema citado tem se agravado em função do crescente aumento da poluição e da concentração de indústrias no litoral brasileiro, que possui mais de 8000 km de extensão.

A poluição e sais se depositam sobre a superfície dos isoladores; que com o passar do tempo, e para determinadas concentrações em dias chuvosos ou com neblinas, podem formar uma película contínua condutora e causar um *flashover* (LIEBERMANN, 2002).

A poluição em isoladores elétricos é classificada em quatro classes diferentes (IEC 60815):

- a) classe I: com nível de contaminação baixo;
- b) classe II: com nível de contaminação médio;
- c) classe III: com nível de contaminação alto;
- d) classe IV: com nível de contaminação muito alto.

Várias soluções vêm sendo estudadas e algumas já foram adotadas para minimizar esse problema, o *flashover*: inspeção e lavagem periódica dos isoladores, modificar a geometria dos isoladores ou ainda alterar o recobrimento superficial dos mesmos.

A inspeção e lavagem periódica para eliminar a poluição e os sais depositados sobre a superfície dos isoladores é um processo lento, muito oneroso e extremamente perigoso para técnicos que desempenham tal função, portanto, não é um método recomendado.

A norma IEC 60815 para cada classe de contaminação orienta a geometria adequada, por exemplo: a distância entre aletas varia de 16 mm/kV para classe I, até valores de 31 mm/kV para classe IV, com formatos complexos que são de difícil construção (LIEBERMANN, 2002).

Existem várias formas de modificar o recobrimento superficial dos isoladores para evitar acúmulo e incrustação de poluentes.

Uma das formas é tornar a superfície do isolador hidrofóbica. Utilizando-se para isto polímeros como borracha de silicone, graxas, teflon, etc. A superfície hidrofóbica funciona evitando a formação de um filme contínuo de água; uma vez que todo vapor de água ou névoa salina que entrar em contato com a superfície forma pequenas gotículas, que evitam a condução elétrica por não formar uma película contínua.

Outra forma de modificar a superfície do isolador, em relação às suas propriedades elétricas, é torná-la fracamente condutora. Deste modo a corrente de fuga tende a passar pelo recobrimento, e não pela camada úmida de sais e poluentes que estão acumulados na superfície do isolador.

A colocação de um filme fracamente condutor sobre a superfície isolante do isolador, apresenta duas vantagens interessantes. A primeira esta relacionada à uniformização do gradiente de potencial elétrico da superfície do isolador, não permitindo que gotas de água ou umidade juntamente com placas de sais e poluentes possam desequilibrar o potencial elétrico da superfície do mesmo. A segunda vantagem refere-se ao aquecimento da superfície do isolador por efeito resistivo, proporcionando uma secagem rápida em caso de névoa ou chuva.

Uma maneira de tornar a superfície do isolador fracamente condutora, é a adição de óxidos semicondutores no esmalte utilizado nas indústrias cerâmicas, por exemplo: o óxido de estanho, que possui estrutura do rutilo, quando dopado com trióxido de antimônio tem sua condutividade elétrica aumentada proporcionando um aquecimento ôhmico e uma melhor distribuição do potencial elétrico (FONTANESI, 1998).

A eliminação do *flashover* pode levar à diminuição do custo de manutenção preventiva, proporcionando equipamentos com maior durabilidade, confiabilidade e evitar as paradas de redes. Estes fatores causam prejuízo às empresas de distribuição de energia elétrica e aos consumidores.

A proposta do presente trabalho é o estudo da deposição de filmes extremamente finos de material fracamente condutor, via *Magnetron Sputtering DC*, para aplicações

em isoladores elétricos e para agregar características como as funções resistiva e térmica, para eliminar o *flashover*.

Existem vários condutores e semicondutores que podem ser usados para obtermos estes resultados: como o Cr, Ni, NiCr, Ta, SnO₂, InO, TaN, ou materiais compostos como Cr + SiO₂ (cermet), etc, com boa estabilidade química e física, que podem modificar a superfície de isoladores convencionais para evitar o *flashover*.

Foi escolhido o cromo (Cr) pela disponibilidade de deposição imediata.

A empresa Flabeg do Brasil Ltda, localizada em Indaiatuba, SP, contribuiu para esse trabalho com o fornecimento do cromo (Cr), as placas de vidro e do equipamento de deposição (*Magnetron Sputtering In Line*).

O sucesso da utilização do filme de cromo e de outros materiais citados acima, pelo método proposto neste trabalho (*magnetron sputtering*), para isoladores elétricos, dependerá de um novo design do mesmo. O design atual não permite uma deposição uniforme sobre toda a superfície do isolador.

Utilizando outros métodos como *spray pirolise*, CVD ou plasma CVD é possível depositar quase todos os materiais citados acima, em isoladores de qualquer formato. Como esses métodos trabalham com temperaturas entre 300°C e 800°C, a deposição pode ser realizada durante o processo de fabricação dos isoladores. A inclusão desta etapa no processo de fabricação dos isoladores permitirá uma grande diminuição nos custos de deposição dos filmes.

1.2 Objetivos

Este trabalho tem como objetivo principal o estudo de um filme fino de material fracamente condutor depositado via magnetron sputtering DC (*direct current*), sobre placas de vidro, tendo em vista seu uso na superfície de isoladores elétricos de alta tensão. Com este filme pretende-se estudar a homogeneização do gradiente do potencial elétrico da superfície dos substratos e obter um aquecimento por efeito Joule do mesmo, para evitar acúmulo de sais e poluentes que possam desencadear descargas elétricas superficiais (*flashover*).

Como objetivos específicos podem-se citar:

- a) depositar filmes ultra finos de cromo via *magnetron sputtering* DC sobre placas de vidro com alta resistência elétrica, para se adequar aos valores exigidos pela alta tensão ;
- b) medir a resistividade e a resistência superficial do filme de cromo pelas técnicas: sonda de quatro pontas e da resistência de um quadrado do filme;
- c) medir a temperatura de equilíbrio atingida pelo conjunto substrato/filme submetido a uma tensão elétrica, simulando um isolador elétrico em serviço;
- d) caracterizar o filme de cromo depositado sobre placas de vidro, utilizando: difratometria de raios-X (DRX), espectroscopia de transmissão óptica na região do ultravioleta-visível e medidas de ângulos de contatos de gotas.

2 PESQUISA BIBLIOGRÁFICA

2.1 Isoladores Elétricos

Os isoladores são materiais sólidos com boas propriedades dielétricas, os quais são utilizados nas linhas elétricas aéreas, para isolar os condutores sob tensão dos apoios que os suportam.

Os isoladores mais utilizados podem ser classificados por diferentes critérios: material empregado na construção, constituição, adequação à tensão, quanto ao meio onde é utilizado, etc.

A classificação em função da adequação da tensão está relacionada com a tensão nominal de linha à qual são referidas certas características operacionais do sistema.

As tensões nominais dos sistemas são classificadas de acordo com os critérios da Agencia Nacional de Energia Elétrica (ANEEL) em:

- a) baixa tensão, até 1000 V;
- b) média tensão, entre 1 000 V e 69000 V;
- c) alta tensão, acima de 69000 V.

O meio onde é utilizado o isolador é outra classificação importante; os isoladores para serviço em ambientes externos têm forma e constituição diferentes daqueles para ambientes resguardados da intempérie.

Os isoladores para serviço em ambientes externos apresentam características especiais, utilizados em condições muito particulares, com o objetivo de evitar o

depósito de partículas ou elementos que possam modificar sua resistência elétrica superficial; entre esses citam-se:

- a) isoladores com linha de fuga isolada;
- b) isoladores para névoa.

Isoladores com linha de fuga isolada; no qual a linha de fuga é aumentada para a obtenção de um isolamento satisfatório em ambientes muito empoeirados ou salinos (figura 2.1).

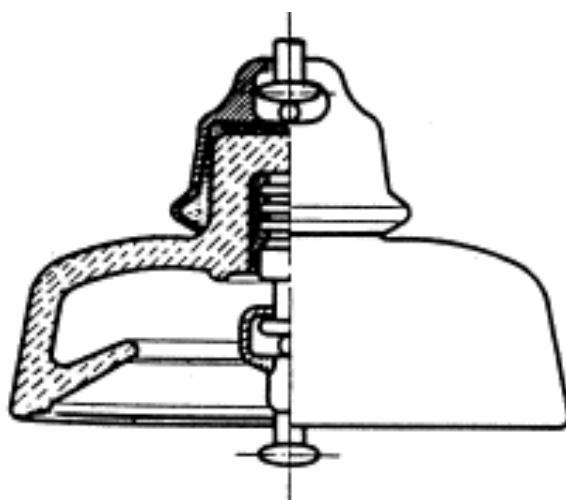


FIGURA 2.1 - Isolador com linha de fuga isolada (GOMES, 2005).

Isoladores para névoa; projetados para obter isolamento satisfatório em ambientes de névoa intensa (figura 2.2).

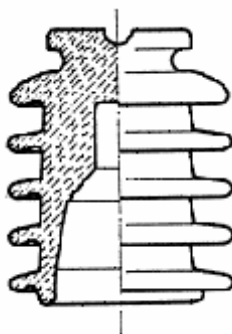


FIGURA 2.2 - Isolador para névoa (GOMES, 2005).

O objetivo fundamental do isolador para névoa é evitar a passagem de corrente do condutor ao apoio. Esta passagem de corrente pode ocorrer por qualquer das seguintes causas:

- a) por condutividade de massa;
- b) por condutividade superficial;
- c) por perfuração da massa do isolador;
- d) por descarga disruptiva através do ar.

Por condutividade de massa: condução através da massa do isolador, na forma de corrente de fuga (figura 2.3), a qual é desprezível e desconsiderada em função dos materiais que são empregados na fabricação desses.

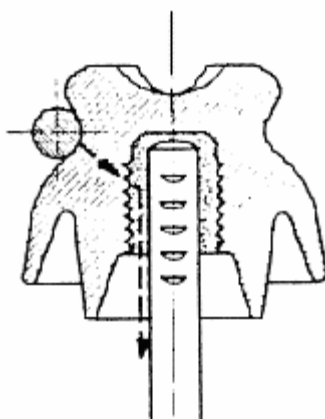


FIGURA 2.3 - condução pela massa do isolador (GOMES, 2005).

Por condutividade superficial: A corrente de fuga contorna a parte externa do isolador por aumento de sua condutividade devido à formação de uma camada de umidade, de poluição ou de sais depositados sobre a superfície do isolador (figura 2.4). A corrente de fuga pode ser reduzida até limites seguros, quando a superfície do isolador possui perfil adequado, permitindo que o caminho percorrido pela corrente de fuga seja o maior possível.

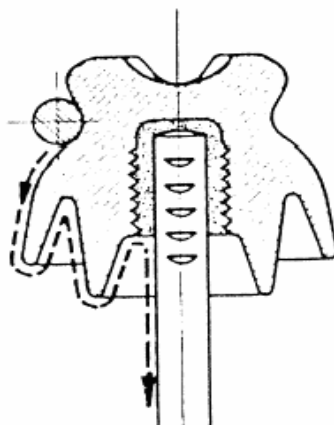


FIGURA 2.4 - condução pela superfície do isolador (GOMES, 2005).

Por perfuração da massa do isolador (figura 2.5). Esta situação tem pouca importância nos isoladores para baixas tensões, devido ao fato do material constituinte do isolador ser suficiente para evitar a perfuração.

O perigo é maior em média e em altas tensões, sobretudo em isoladores de grande espessura, sendo muito difícil fabricá-los de forma a conservarem suas propriedades dielétricas em toda sua massa.

Um defeito em algum ponto no interior do isolador pode provocar a sua perfuração. Com o objetivo de se evitar defeitos e permitir o controle cuidadoso da estrutura durante a fabricação, os isoladores para altas tensões são feitos, em várias peças superpostas de espessuras reduzidas, unidas entre si por uma pasta especial (cimento).

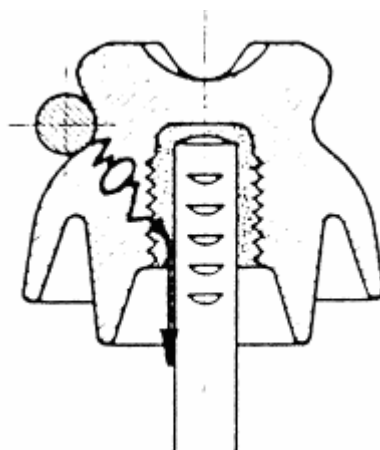


FIGURA 2.5 - isolador perfurado (GOMES, 2005).

Por descarga disruptiva através do ar: esta situação forma um arco entre o condutor e o suporte através do ar, cuja rigidez dielétrica não é suficiente para evitar a descarga (figura 2.6).

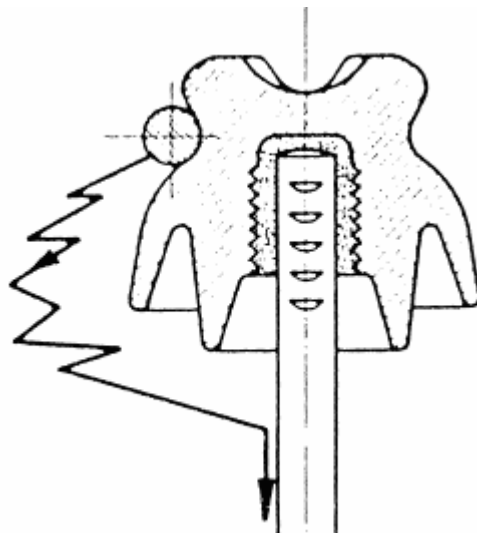


FIGURA 2.6 - Descarga disruptiva pelo ar (GOMES, 2005).

A rigidez dielétrica do ar diminui, em certas ocasiões, quando chove, porque os filetes de água de chuva que se desprendem da superfície do isolador adquirem o potencial do condutor, e se encontram a menor distância do suporte que do isolador. Estas descargas podem ser evitadas com um desenho adequado dos isoladores para intempérie.

O perfil dos isoladores, quando são submetidos à ação da chuva, se faz com uma ou várias ondulações em forma de campânula, ou seja, o espaço entre o condutor e o suporte é maior, o que eleva, também, a distância dielétrica e, conseqüentemente, aumenta-se o valor de tensão necessária para que se forme o arco.

2.1.1. Características que Definem um Isolador

Foram estabelecidas características mínimas para os isoladores de linhas aéreas, de acordo com os organismos de normatização:

- a) linha de fuga;

- b) distância disruptiva;
- c) distância de coroa;
- d) tensão disruptiva;
- e) tensão de perfuração.

Linha de fuga. É a distância entre as forças condutoras de que está provido o isolador; nas condições que se estabelecem para os ensaios de tensão disruptiva, medida sobre a superfície do isolador (figura 2.7).

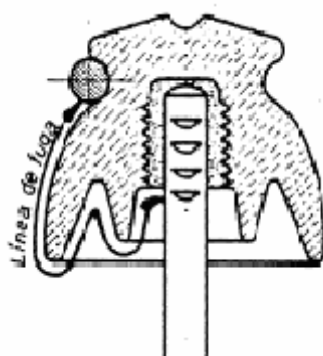


FIGURA 2.7 - linha de fuga (GOMES, 2005).

Distância disruptiva. É a distância no ar, entre as peças de que está provido o isolador, nas condições estabelecidas para os ensaios de tensão disruptiva (figura 2.8). Também se denomina distância de contorno.

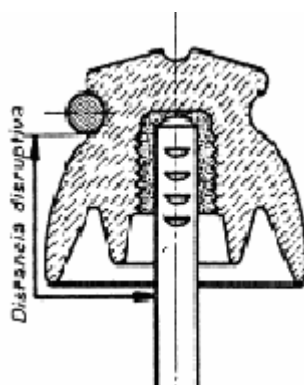


FIGURA 2.8 - distância disruptiva (GOMES, 2005).

Tensão de corona. É o valor eficaz da tensão, expresso em quilovolts (kV), na qual deixa de ser visível na escuridão, toda manifestação luminosa em qualquer ponto do condutor. É causada pela ionização do ar (efeito corona).

Tensão disruptiva. Denomina-se também tensão de contorno e é o valor eficaz da tensão expresso em quilovolts (kV), no qual se produz a descarga disruptiva ou descarga de contorno no isolador. A descarga disruptiva se produz através do ar sob o aspecto de uma faísca ou arco, ou de um conjunto de faíscas e arcos, que estabelecem conexão elétrica entre as peças metálicas do isolador, submetidas à tensão de serviço.

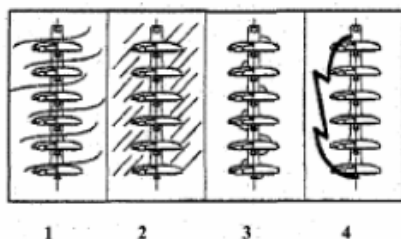
Tensão de perfuração. É o valor eficaz da tensão expresso em quilovolts, mediante o qual tem lugar a perfuração do isolante. Compreende a destruição localizada do material produzida por uma descarga que atravessa o corpo do isolador.

A escolha dos isoladores adequados para cada fim deve levar em conta, além da frequência, tensão de serviço e esforços eletrodinâmicos que deve suportar a peça, o grau de contaminação ambiental e de condensação de umidade no local de instalação. As tendências atuais são pelas grandes distâncias de contorno, que permitem o funcionamento seguro do isolador ainda em condições de condensação e deposição de poluentes ao longo do tempo.

2.2 Flashover (Descargas Superficiais)

A contaminação superficial dos isoladores pode reduzir significativamente a tensão na qual se produz o *flashover*, que tira de serviço a linha, conduzindo a cortes de energia não planejados e diminuindo a confiabilidade do sistema.

O processo de formação do *flashover* nos isoladores é de natureza complexa, que ocorre através de diferentes fases como mostra a figura 2.9: a formação de camadas de contaminação, aumento da corrente de fuga, a formação de banda seca, geração de arcos parciais e, se as condições são favoráveis, ocorre o *flashover* e saída de serviço (ABDELAZIZ, 2004)



.FIGURA 2.9 - Etapas para ocorrência de *flashover*. (ABDELAZIZ, 2004) 1.deposição de contaminantes. 2. umidificação da superfície.3. formação de bandas secas e arcos parciais. 4. *flashover*.

A camada de contaminação pode ser produzida por várias causas, por exemplo: sais e poluentes industriais. Os contaminantes possuem componentes condutores que influenciam a tensão de *flashover* do isolador, fornecendo em condições úmidas, uma cobertura condutiva na superfície do isolador.

O componente inerte, por outro lado, é a porção do material sólido que não se dissolve, porém, forma uma matriz mecânica na qual as partículas do componente condutivo são incluídas internamente.

A condensação representa um processo lento de umidade durante o qual os contaminantes condutivos podem se dissolver completamente. Esse processo, freqüentemente, acontece sob condições de névoa ou orvalho nas horas iniciais da manhã; chuva e garoa também podem causar o mesmo efeito (LIEBERMANN, 2002).

Uma corrente superficial entre fase e terra pode então fluir resultando num aquecimento ôhmico da camada, quando a condutividade da camada superficial é estabelecida pela umidade nas quais os contaminantes sólidos são dissolvidos. A condutividade primeiro aumenta enquanto a temperatura sobe, porém quando chega a certo valor, a evaporação da água torna-se apreciável e a solução é supersaturada de sal.

A secagem da camada de sais e poluentes não é uniforme, fazendo com que apareça na camada úmida, bandas secas; que interrompem o fluxo de corrente de fuga. A tensão aplicada nas bandas secas, as quais podem ter poucos centímetros de largura, causa uma descarga no ar que ultrapassa a banda seca através de arcos

que estão eletricamente em série com a resistência da parte úmida da camada de sais e poluição (MELLO, 1999).

Se a resistência da parte seca da camada de poluição for muito baixa, os arcos não se extinguem, pelo contrário, aumentam sua extensão ao longo da superfície do isolador. Esse fato, por sua vez, diminui a resistência em série com os arcos, aumentando a corrente e permitindo aumentar ainda mais sua extensão até que toda a superfície do isolador esteja coberta, ocasionando uma descarga disruptiva (*flashover*) (MELLO, 1999).

A existência de pulsos da corrente de fuga, usualmente precede a fase final da descarga disruptiva (*flashover*) sob poluição. A frequência e a amplitude desses pulsos crescem quando se aproxima a descarga, portanto o registro dos pulsos de correntes de fuga é um importante critério para controlar as condições de poluição de um isolador e prevenir iminência de um *flashover* (ABDELAZIZ, 2004).

2.3 Condução Elétrica

Uma das características elétricas mais importantes de um material sólido é a facilidade ou dificuldade com que ele conduz uma corrente elétrica. A lei de Ohm relaciona a corrente elétrica (i) (ou taxa temporal da passagem de cargas), à voltagem aplicada (V) da seguinte maneira:

$$V = R.i \quad (2.1)$$

Onde R representa a resistência do elemento de circuito ou dispositivo, isto é, uma grandeza física que expressa o “impedimento” sofrido pelos portadores de carga sujeitos à ação de um campo elétrico.

A resistividade elétrica (ρ) é uma outra grandeza física que também está relacionada a um impedimento sofrido pelos portadores de carga, porém, é uma propriedade intrínseca do material, sendo independente das dimensões do corpo estudado. Portanto, resistividade é uma propriedade da matéria (GIROTTI, 2002).

A resistividade elétrica (ρ) está relacionada à R através da equação 2.2, para corpos com dimensões regulares.

$$\rho = \frac{R.A}{l} \quad (2.2)$$

Onde l representa a distância entre dois pontos aonde é medida a voltagem e A é a área da secção reta perpendicular à direção da corrente elétrica.

A condutividade elétrica (σ) em certas situações, é usada para especificar a natureza elétrica de um material. Ela é simplesmente o inverso da resistividade, ou seja, $\sigma = 1/\rho$, que é um indicativo da facilidade que um material possui de conduzir uma corrente elétrica.

Os materiais sólidos exibem uma faixa surpreendente de condutividade elétrica, estendendo-se ao longo de 27 ordens de grandeza.

Uma forma de classificar os materiais sólidos é de acordo com a facilidade com que eles conduzem uma corrente elétrica. Dentro dessa classificação temos: condutores, semicondutores e isolantes.

Os metais são bons condutores, tendo condutividades na ordem de $10^7 \text{ (}\Omega.\text{m)}^{-1}$. Os materiais isolantes, no outro extremo, apresentam condutividade muito baixas da ordem entre 10^{-10} a $10^{-20} \text{ (}\Omega.\text{m)}^{-1}$. Os semicondutores, geralmente apresentam condutividade entre 10^{-6} a $10^4 \text{ (}\Omega.\text{m)}^{-1}$.

Uma corrente elétrica resulta do movimento de partículas eletricamente carregadas em resposta a força que atua sobre ela, a partir de um campo elétrico que é aplicado externamente. As partículas carregadas positivamente se movem na direção do campo, enquanto as partículas carregadas negativamente se movem na direção oposta. Uma corrente tem origem, no interior da maioria dos materiais sólidos, a partir do movimento de elétrons que é conhecida por condução eletrônica.

A resistividade elétrica é fortemente dependente do número de elétrons que estão disponíveis para participar no processo de condução. O número de elétrons disponíveis para a condução elétrica em um material particular está relacionado ao arranjo dos estados ou níveis eletrônicos dos átomos em relação à energia, e então a

maneira segundo a qual esses estados são ocupados pelos elétrons. Existem, para cada átomo individual, níveis energéticos discretos, organizados em camadas e subcamadas, que podem ser ocupados pelos elétrons.

As camadas são designadas por números inteiros (1, 2,3, etc), e as subcamadas são designadas por letras (s, p, d e f). Existem, para cada uma das subcamadas: s, p, d e f; respectivamente, um, três, cinco e sete estados.

Os elétrons, na maioria dos átomos, preenchem somente os estados que possuem as energias mais baixas; dois elétrons com spins opostos por cada estado, de acordo com os princípios de exclusão de Pauli.

Quando os átomos ou moléculas se juntam para formar um sólido forma-se uma banda eletrônica que é, simplesmente, uma série de estados eletrônicos, originários dos átomos individuais, que se encontram pouco espaçada em termos de energia. Uma dessas bandas pode existir para cada subcamada eletrônica encontrada no átomo isolado. Subentende-se, por estrutura da banda de energia eletrônica, a maneira segundo a qual as bandas mais externas são arranjadas em relação umas às outras e, então, preenchidas com elétrons. Existe um tipo distinto de estrutura de banda para os condutores, para os semicondutores e para os materiais isolantes.

Um elétron se torna livre ao ser excitado de um estado preenchido em uma banda para um estado vazio disponível acima da energia de Fermi. Energia, essa, relativamente pequena e exigida para excitações eletrônicas nos metais, dando origem a grande número de elétrons livres. Já para os semicondutores e isolantes, são exigidas energias maiores que representam menor concentração de elétrons livres, portanto, menores valores de condutividade.

2.3.1 Mobilidade Eletrônica.

Uma força é colocada para atuar sobre os elétrons livres, quando um campo elétrico é aplicado; como consequência, todos eles experimentam um movimento em direção oposta àquela do campo elétrico, em virtude das suas cargas negativas.

De acordo com a mecânica quântica, não existe qualquer interação entre um elétron em movimento e os átomos em um reticulado perfeito a zero absoluto (0 K). Sob tais circunstâncias, todos os elétrons livres devem se mover enquanto o campo elétrico é aplicado, o que deve dar origem a uma corrente que aumenta continuamente ao longo do tempo. Contudo, sabe-se que uma corrente elétrica atinge um valor constante no instante que o campo é aplicado, indicando que existe o que pode ser chamado por “força de atrito”, a qual contrapõe essa aceleração devida ao campo elétrico externo.

Estas “forças de atrito” resultam do espalhamento dos elétrons pelas imperfeições no reticulado cristalino, incluindo os átomos de impurezas, lacunas, átomos intersticiais, discordâncias.

Para valores de temperaturas acima de zero absoluto (0 K) as vibrações térmicas dos próprios átomos na rede cristalina, constituem fator importante no aumento da resistividade além das imperfeições da rede.

Cada evento de espalhamento faz com que um elétron perca energia cinética e mude a direção do seu movimento, como está representado esquematicamente na figura abaixo (figura 2.10).

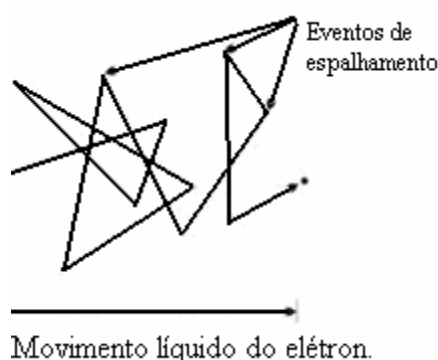


FIGURA 2.10 - Trajetória de um elétron que é defletido por eventos de espalhamentos
(CALLISTER,1994)

O fenômeno de espalhamento é manifestado como uma resistência à passagem da corrente elétrica, que depende de diversos parâmetros incluindo: a velocidade de arraste e mobilidade de um elétron. Assim, a condutividade elétrica é proporcional tanto ao número de elétrons quanto à mobilidade eletrônica.

O aumento do número de imperfeições da rede cristalina aumenta a resistividade (ou diminui a condutividade), uma vez que servem como centro de espalhamento para os elétrons de condução nos metais.

A concentração dessas imperfeições depende da temperatura, da composição e do grau de deformação a frio de uma amostra do metal. Observa-se experimentalmente que a resistividade total de um metal é a soma das contribuições das vibrações térmicas, das impurezas e da deformação plástica, isto é, os mecanismos do espalhamento atuam, independentemente, uns dos outros.

A resistividade total, devido às contribuições individuais das resistividades térmicas, às impurezas, e à deformação está representada na equação 2.3, onde ρ_{total} , ρ_t , ρ_i e ρ_d representam respectivamente a resistividade total, resistividade térmica, resistividade às impurezas, e resistividade à deformação.

$$\rho_{\text{total}} = \rho_t + \rho_i + \rho_d \quad (2.3)$$

Para filmes finos, como os estudados neste trabalho, teremos que levar em conta mais um fator em consideração na determinação da resistividade; a espessura do filme (t). À medida que a espessura torna-se comparável ao livre caminho médio dos elétrons, as fronteiras do filme impõem severas limitações geométricas ao movimento dos mesmos. Os efeitos físicos que aparecem devido a estas limitações são denominadas efeito de tamanho (*size effect*) (ASSUMPÇÃO, 1980).

A figura 2.11 mostra a dependência da resistividade com a espessura de um filme de níquel para temperatura de 50°C. A curva ($\rho \times t$) mostra um aumento rápido da resistividade com a diminuição da espessura abaixo de 800 Å.

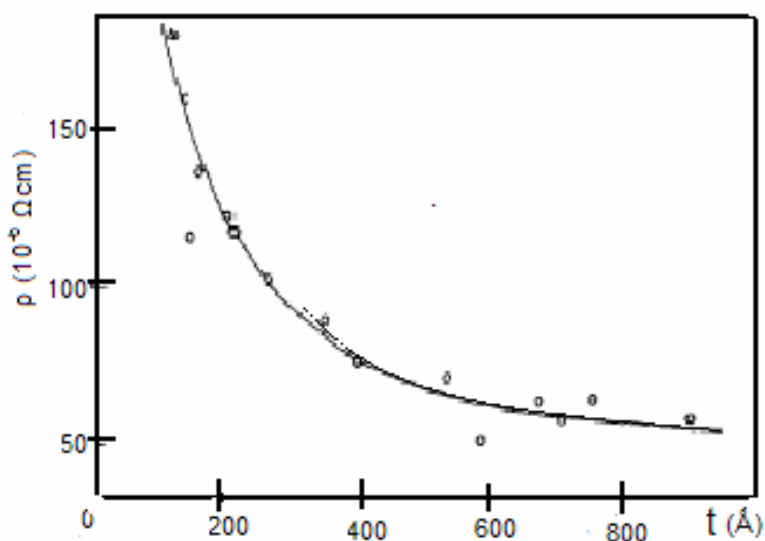


FIGURA 2.11 - Resistividade do filme do níquel em função da espessura. (CHOSH,1980)

Os filmes ultrafinos de cromo que serão estudados neste trabalho apresentam um comportamento parecido com o do filme de níquel. Como as espessuras dos filmes estudados, são menores que o livre caminho médio dos elétrons no cromo, da ordem de camadas atômicas. Estes efeitos se refletirão como valores de resistividade maiores que resistividade volumétrica do material.

2.4 Métodos Experimentais para Medidas de Resistividade Elétrica DC

Existem vários métodos descritos na literatura que podem ser usados para a determinação da resistividade elétrica em sólidos; por exemplo: pontes de impedância, método de pulsos, método de duas pontas (ou de dois terminais), método do eletrômetro, e o método da sonda de quatro pontas (ou de quatro terminais) que se utilizará para as medidas de resistividade neste trabalho.

2.4.1 Medida da Resistividade de um Material pelo Método de Duas Pontas

O método de duas pontas é simples e de fácil utilização. Conhecendo-se com precisão as dimensões do material, pode-se determinar o valor da resistividade elétrica, para isto mede-se: a voltagem e a corrente elétrica que flui através da amostra sob a ação de um campo elétrico *dc* aplicado.

Recomenda-se este método quando a quantidade de portadores de cargas no material for alta, e a densidade destes não seja afetada por pequenas variações de temperatura. Se estas condições não forem satisfeitas, ocorrerão flutuações aleatórias de condutividades em função do tempo.

A figura 2.12 mostra um esboço do método de duas pontas que utiliza um voltímetro, um para medir a voltagem (V), um amperímetro para medir a corrente elétrica (I) e uma fonte *dc* para gerar o fluxo de corrente elétrica.

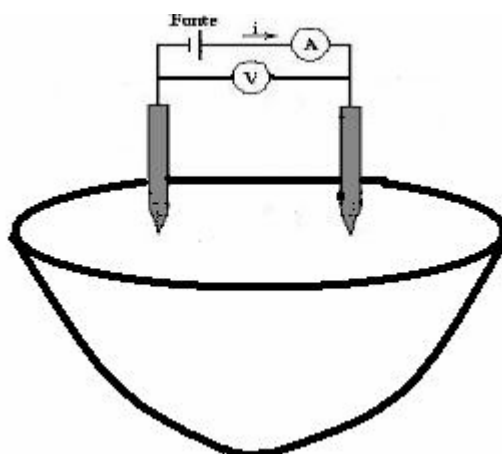


FIGURA 2.12 - Esboço do método de duas pontas.

O valor da resistividade elétrica, pelo método de duas pontas será determinado pela equação 2.4. Onde *I* representa a corrente que passa através da amostra, *V* é a medida da voltagem e *G* é um fator de correção que depende da forma e dimensões da amostra, além dos contatos elétricos.

$$\rho = G \frac{V}{I} \quad (2.4)$$

O método geral descrito para técnica de duas pontas não é o mais indicado para se obter a resistividade elétrica, quando utilizado em materiais que apresentam alta resistência elétrica nos contatos.

Portanto, a medida de resistência elétrica de uma amostra com a sonda de duas pontas, deve-se considerar a equação 2.5. Onde R_T é a resistência elétrica total, R_c é a resistência elétrica nos contatos, R_{pr} é a resistência elétrica de propagação da corrente e R_a é a resistência elétrica da amostra.

$$R_t = \frac{V}{I} = 2R_c + 2R_{pr} + R_a \quad (2.5)$$

A R_c surge do contato mecânico das pontas com a amostra e R_{pr} traduz a resistência encontrada pela corrente quando flui da ponta para o interior da amostra. R_c e R_{pr} , não podem ser precisamente calculadas ou medidas e, portanto, R_a não pode ser extraída com precisão da equação 2.5. Para resolver esse problema, utiliza-se a sonda de quatro pontas.

. 2.4.2 Método da Sonda Quatro Pontas (Ou De Quatro Terminais)

A sonda de quatro pontas consiste em medir os valores de corrente elétrica e voltagem, em eletrodos independentes a partir dos quais se pode obter a resistividade, sem o inconveniente dos problemas dos contatos.

O sistema é constituído por um sensor formado por quatro eletrodos verticais, cujas pontas estão em um mesmo plano, orientadas colinearmente e regularmente espaçadas. As duas pontas externas servem para transportar a corrente (I) e as duas pontas internas para medir a voltagem (V)

As duas pontas, que transportam a corrente elétrica, apresentam resistências elétricas associadas com a propagação da corrente elétrica e com os contatos. O mesmo não ocorre nas outras duas pontas, pois nessas, a tensão é medida com instrumentos que extraem baixíssimas correntes do circuito. Assim, as duas resistências R_c e R_{pr} , que também são chamadas de resistências parasitas, são muito pequenas e podem ser desprezadas no cálculo da resistividade elétrica (GIROTTI, 2002).

O método de quatro pontas foi originalmente proposto por F. Wenner em 1915 para medir a resistividade elétrica do solo (terra), hoje é conhecida como *método de Wenner*.

Entretanto, L. B. Valdes adotou o método da sonda de quatro pontas para medir resistividade elétrica de chips para fabricação de transistores de germânio. Determinou a relação entre a resistividade, voltagem e a corrente lida para várias geometrias. Foram posteriormente ampliados por A. Uhlir Jr em 1955. Assumiu-se, nos trabalhos de Valdes e Uhlir, uma estrutura de três dimensões, com no mínimo, uma infinita.

F.M.Smits em 1958 com o objetivo de determinar a resistividade de filmes finos sobre vários formatos de amostras, propôs uma relação similar a de Valdes para estruturas com duas dimensões, isto é, filmes finos.

O método da sonda de quatro pontas é o mais amplamente utilizado para a determinação da resistividade elétrica de condutores metálicos e semicondutores, nas suas mais diversas formas (amostras cilíndricas, circulares, quadradas, etc.), ou arranjos substrato/amostra (ex. filmes finos depositados sobre substrato condutor ou sobre substrato isolante).

O método da sonda de quatro pontas é útil para medidas de rotina que requerem rapidez e precisão nos resultados. É também um método recomendado pela norma padrão ASTM (F4399) para a medida de resistividade em materiais semicondutores.

As sondas, no método de quatro pontas, que monitoram a corrente elétrica e a voltagem, são contatos pontuais, montadas em um suporte especial com as mesmas dispostas em linha, a uma distância equivalente umas das outras, figura 2.13.

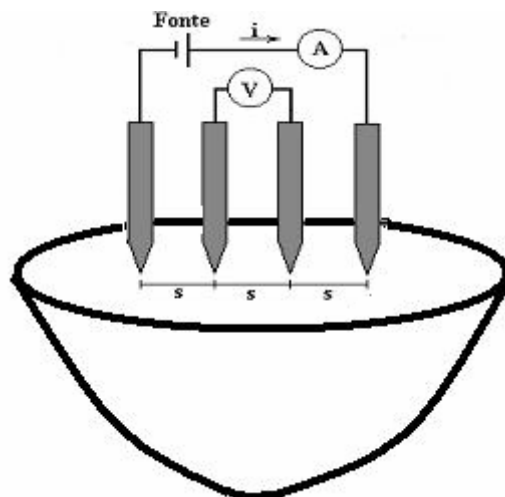


FIGURA 2.13 - Sonda de quatro pontas

A corrente que passa pelas sondas externas representa uma fonte de dipolo (BARANAUSKAS, 1989), a qual estabelece uma distribuição de campo no interior da amostra. A voltagem é medida entre as sondas internas. Leva-se em consideração as várias condições de fronteiras que são estabelecidas pelo tamanho e espessura da amostra.

Determinar as expressões para o cálculo da resistividade, em dois casos limites de amostras volumosas e filmes finos, é relativamente fácil. Considera-se para esses casos que as pontas metálicas possuem dimensões que sejam infinitesimais e que as dimensões das amostras sejam semi-infinitas.

2.4.2.1 Cálculo de Resistividade Elétrica de Amostras Volumosas

Considera-se uma penetração esférica de corrente emanada a partir das sondas externas cuja área é $A = 2\pi x^2$, correspondente a superfície hemisférica, para amostras volumosas onde a espessura $t \gg s$, onde s é o espaçamento entre as sondas (FRIEDBERG, 2002).

A resistência diferencial é dada por $dR = \rho \frac{dx}{A}$; onde o R é a resistência elétrica, ρ a resistividade elétrica do volume, dx o elemento diferencial do comprimento e A a área da seção pela qual flui a corrente elétrica I .

Integrando-se a resistência diferencial sobre o comprimento entre os dois eletrodos internos (figura 2.14) e considerando-se que a voltagem entre esses é induzida por cada uma das sondas externas, pois são fontes de correntes e em consequência $R = \frac{V}{2I}$, chega-se à equação 2.6 (FRIEDBERG, 2002).

$$\rho = 2 \pi s \frac{V}{I} \quad (2.6)$$

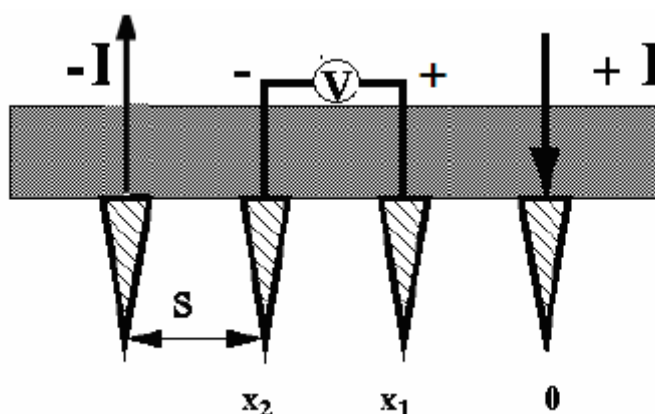


FIGURA 2.14 - Esquema da sonda de quatro pontas. (FRIEDBERG, 2002).

2.4.2.2 Cálculo de Resistividade Elétrica em Filmes Finos Sobre substrato Isolante

Considera-se, para filmes finos onde a espessura $t \ll s$, um anel de corrente elétrica emanada a partir das sondas externas, cuja área é $A = 2\pi x t$, onde s é o espaçamento entre as sondas (FRIEDBERG, 2002).

Integrando-se a resistência diferencial sobre o comprimento entre os dois eletrodos internos (figura 2.14) e considerando-se que a voltagem entre esses é induzida por cada uma das sondas externas, pois são fontes de correntes, e em consequência

$R = \frac{V}{2I}$, a resistividade para filmes finos é dada pela equação 2.7 (FRIEDBERG, 2002).

Observa-se que essa expressão independe de s .

$$\rho = \frac{\pi t}{\ln 2} \frac{V}{I} \quad (2.7)$$

2.4.2.3 Resistência Superficial em Filmes Finos Sobre substrato Isolante

Vamos considerar uma amostra quadrada de um filme fino sobre substrato isolante como mostra a figura 2.15. A maneira como os eletrodos foram colocados uniformizam a distribuição de corrente. O valor da medida obtida no ohmímetro é definido como resistência superficial de um quadrado do filme, em ohm por quadrado (Ω/\square).

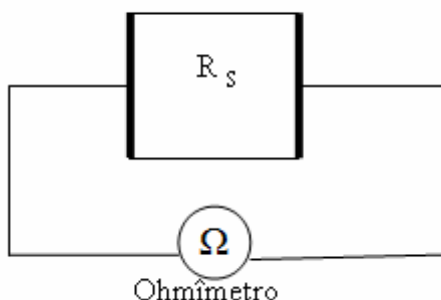


FIGURA 2.15 - Esquema para determinar a resistência superficial em ohm por quadrado.

O valor da resistência superficial de um quadrado do filme independe das dimensões do quadrado. Essa medida é muito importante para controle de qualidade na produção de materiais semicondutores.

A resistividade do filme de uma amostra quadrada, mostrada na figura 2.15, pode ser determinada pela equação 2.2.

Onde ρ é a resistividade do filme, R é a resistência superficial do filme, A é área dada pelo produto $A = \lambda t$, λ é o comprimento que fica no sentido da corrente e t é espessura do filme.

Substituindo a área A na equação 2.2 obteremos a equação 2.8

$$R_s = \frac{\rho}{t} \quad 2.8$$

Substituindo a equação 2.6 na equação 2.8 obteremos a equação 2.9, que representa a resistência superficial ou resistividade do filme dividida pela espessura t do mesmo.

$$R_s = \frac{\pi}{\ln 2} \frac{V}{I} \quad 2.9$$

Onde $\frac{\pi}{\ln 2} = 4,53$ representa o fator de correção para amostras semi-infinitas.

O filme de cromo depositado por *Magnetron Sputtering* sobre substrato de vidro é da ordem de camadas atômicas. No presente trabalho; a determinação da espessura do mesmo por técnicas como a microscopia óptica e a microscopia eletrônica de varredura (MEV) são muito difíceis. Portanto, a medida da sonda de quatro pontas neste trabalho será tratada como a resistividade superficial que é também igual à resistência superficial medida pelo método ohm quadrado.

A espessura do filme de cromo depositado sobre substrato de vidro, poderá ser determinada dividindo-se a resistividade do cromo pela resistência superficial medida.

Neste caso isto fica complicado pelo aumento da resistividade com pequenas espessuras.

2.5 Processos de Deposição por *Sputtering*

2.5.1 Filmes Finos

O filme fino é um agregado de átomos e/ou moléculas depositadas na superfície de um substrato dispostos de forma contínua, com espessuras que variam dentro da faixa de poucos nanômetros, até dezenas de micrômetros. A principal característica deste tipo de estrutura é que elas apresentam um grande valor na relação entre sua área superficial e seu volume, isto é, uma estrutura bidimensional (SILVA, 2000).

As propriedades dos materiais são avaliadas segundo seu comportamento volumétrico ou tridimensional (*Bulk*). Entretanto, os mesmos materiais, quando são dispostos na forma de filmes finos, apresentam algumas diferenças significativas em suas características. Essas diferenças devem-se principalmente à presença dos efeitos de superfícies, considerados bidimensionais, que são predominantes em qualquer tipo de filme fino.

É comum, durante a formação destas finas camadas, um material desenvolver estados de tensões e orientações cristalográficas preferenciais, que alteram substancialmente suas propriedades físicas como: resistividade, índice de refração, dureza, etc. Portanto, as características dos filmes e sua estrutura final são em geral fortemente determinadas pelo tipo de processo de deposição utilizado em sua produção, pelos parâmetros de deposição e pela estrutura do substrato (SILVA, 2000).

Existem inúmeras razões para se utilizar materiais na forma de filmes finos. Entretanto, o uso mais simples é sua aplicação na forma de uma cobertura superficial.

O objetivo de se trabalhar com filmes finos é obter componentes com propriedades superficiais independentes do material da base; como exemplos: filmes depositados sobre vidro transparente e utilizados como filtro óptico, e filmes finos depositados sobre peças na área da metalurgia para melhorar propriedades tais como: resistência

ao desgaste, dureza superficial, resistência à fadiga, degradação térmica, etc (FONTANA, 1997).

2.5.2 Mecanismo da Descarga

Plasma é um termo utilizado para descrever um gás ionizado. Um plasma, parcialmente ionizado, tem um grau de ionização muito baixo, na ordem de 10^{-5} . No entanto, os elétrons têm alta energia cinética, o que diferencia um plasma de um gás.

Uma das formas mais simples de gerar um plasma é através da aplicação de uma voltagem, ou seja, um campo elétrico (V/d) entre dois eletrodos dentro de um recipiente com gás a baixa pressão, fornecido por uma fonte DC de 500 V a 5000 V de alta impedância, figura 2.16.

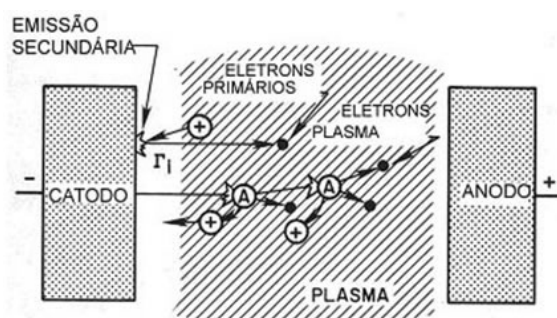


FIGURA 2.16 - Descarga de plasma DC diodo mostrando a ionização provocada por elétrons acelerados entre dois eletrodos (CHAPMAN, 1980).

Elétrons originários de vários processos, tais como; emissão termiônica do catodo, ou mesmo de raios cósmicos ao atravessarem o campo elétrico entre os eletrodos darão início ao processo de ionização do gás, sob baixa pressão, desencadeando a descarga luminescente, essa se manterá estável e auto-sustentada, ocorrendo um processo contínuo de ionização do gás. A figura 2.17 mostra o comportamento da corrente em função da voltagem elétrica, numa descarga luminescente.

No início flui pelo sistema uma corrente elétrica muito pequena da ordem de 10^{-12} A, quando uma voltagem baixa é aplicada, essa devido a presença de um pequeno número de íons e elétrons gerados, principalmente, pelos processos já citados. Esta região da curva característica é utilizada nos medidores de radiação *geiger*, pois a corrente é diretamente proporcional ao número de íons incidentes.

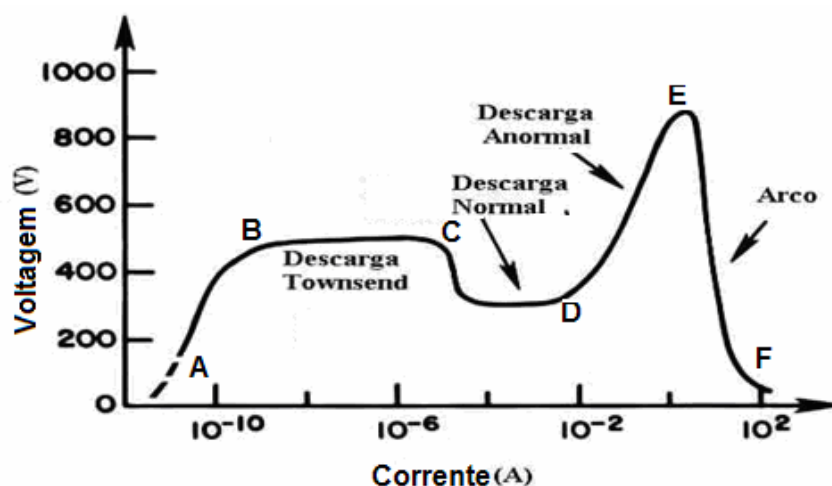


FIGURA 2.17 - Relação entre voltagem x corrente para vários tipos de descargas de plasma entre dois eletrodos (adaptado de RICKERBY, 1991).

O aumento da voltagem, entre os pontos A e B na figura 2.17, fornece uma energia suplementar às partículas carregadas (aos íons e os elétrons do gás). Quando esta energia for suficiente, as partículas carregadas, principalmente os íons positivos, iniciam um processo de liberação de elétrons por colisão no catodo; os elétrons secundários. Esses ionizam, através de choques, alguns átomos neutros do gás presentes na câmara, gerando pares elétrons-íons positivos, que se dirigem aos eletrodos correspondentes.

O processo de liberação de cargas se torna tão efetivo, entre os pontos B e C na figura 2.17, que o fluxo de partículas, e conseqüentemente a corrente elétrica, aumentam abruptamente, porém, a voltagem fica limitada, pela impedância interna da fonte, a um patamar que descreve a região da descarga denominada *Townsend* (BERRY, 1968).

O aumento da energia dos íons, entre os pontos C e D na figura 2.17, provoca um processo de avalanche parecido com a anterior, que é a colisão de íons positivos do gás com o catodo, promovendo a ejeção de mais elétrons secundários. Esses, por

sua vez, produzem mais íons que, ao se chocarem novamente com o cátodo, liberarão mais elétrons secundários. Quando o número de elétrons liberados for suficiente para produzir o mesmo número de elétrons, a descarga se auto sustenta. A fase de auto sustentação é a região normal do gráfico da figura 2.17; e nela nota-se uma queda da voltagem com aumento da corrente elétrica e da luminescência da descarga.

A região normal apresenta voltagem constante o que, tecnologicamente era de grande importância em aplicações práticas como, por exemplo, nas válvulas reguladoras de voltagem.

A densidade da corrente elétrica não é constante em todos os pontos do cátodo na região normal. Esta é maior na região periférica, no início da descarga normal, e vai expandido para o interior do cátodo à medida que a corrente elétrica total aumenta.

Quando todo o cátodo estiver iluminado pela descarga luminosa, um aumento da voltagem ou na pressão do gás, gera um aumento na corrente elétrica, desencadeando a descarga luminescente anormal, entre os pontos D e E da figura 2.17. Utilizou-se esta região para fazer o processo do *sputtering*, pois, apresenta corrente elétrica e voltagem relativamente altas, proporcionando deposições mais rápidas e uniformes. Nesta região a descarga apresenta um comportamento ôhmico.

Caso a corrente aumente ainda mais, entre os pontos E e F na figura 2.17, a alta densidade de corrente elétrica presente no cátodo aumenta a temperatura local iniciando a emissão de elétrons (e^-) termiônicos. A voltagem sofrerá uma queda rápida, transformando a descarga num arco, ou seja, a conexão direta entre os eletrodos.

O arco caracteriza-se por uma corrente elétrica muito alta e uma voltagem baixa da ordem de 70 V. A densidade de corrente elétrica é muito maior que a presente na descarga luminescente, o que provoca uma intensidade de luz e um fluxo de calor muito forte, requerendo cuidados especiais para com os eletrodos.

Este aumento da temperatura localizado provoca o aparecimento de elétrons termiônicos que sustentam a descarga do arco.

2.5.3 Interações Entre o Plasma e a Superfície do Alvo

O fenômeno de *sputtering* foi observado no século dezenove por vários pesquisadores (GROVE, 1852), e sua utilização como processo de deposição datada de 1877 (WRIGHT, 1877)

O fenômeno pode ser caracterizado da seguinte forma: um íon positivo no plasma é acelerado pelo campo elétrico em direção ao catodo, que consiste de uma superfície sólida denominada alvo. Dependendo da energia do íon e da natureza do alvo, os seguintes fenômenos podem acontecer (figura 2.18):

- a) o íon pode ser refletido, sendo provavelmente neutralizado neste processo;
- b) o impacto do íon pode causar ejeção de elétrons do alvo, os quais são chamados de elétrons secundários;
- c) o íon pode penetrar no alvo. Este é o fenômeno da implantação iônica que é usado na tecnologia de microeletrônica;
- d) o impacto do íon pode ser responsável por um rearranjo na estrutura do material como:
 - mudança de posição dos átomos;
 - criação de vacâncias;
 - defeitos de rede.
- e) o íon pode provocar uma colisão em cadeia dos átomos do alvo, e possivelmente ejetar um ou mais átomos. Este é o processo de **sputtering**.

Através do processo de *sputtering*, pode-se obter um filme sobre um substrato pela simples condensação dos átomos ejetados do alvo.

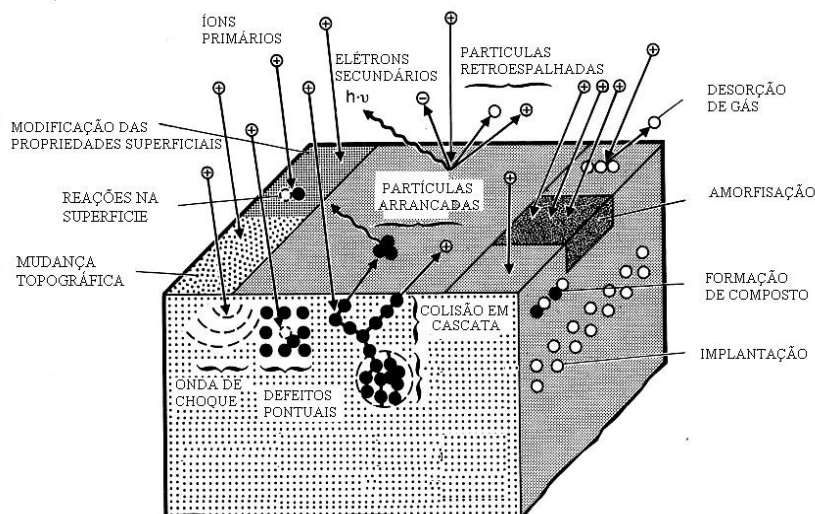


FIGURA 2.18 - Eventos que ocorrem junto ao alvo em interação com o plasma (RICKERBY, 1991).

2.5.4 *Sputtering* Convencional

O sputtering convencional, também chamado de diodo de corrente contínua, consiste de um sistema planar como o mostrado na figura 2.19.

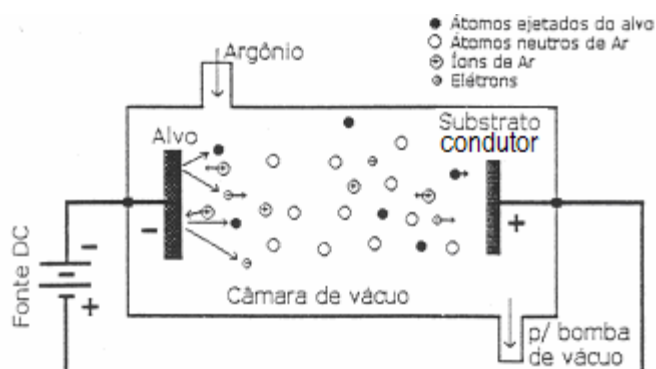


FIGURA 2.19 - Esquema de *sputtering* convencional (FONTANA, 1997).

O material do qual se deseja fazer o *sputtering*, o alvo, é parte integrante de um dos eletrodos do circuito elétrico do sistema, o catodo. Este, o catodo, é conectado ao pólo negativo de uma fonte dc de alta tensão.

O substrato, no qual se deseja depositar o filme, é colocado no anodo, aterrado ou ligado a um potencial flutuante, e que deve estar a uma distância determinada do catodo.

Os eletrodos se encontram no interior de uma câmara de deposição, conectada a um sistema de vácuo que diminui a pressão interna. Um gás inerte, normalmente o Argônio, é introduzido na câmara a uma pressão apropriada entre 10^{-1} e 1 torr (BILAC, 1989).

Aplica-se uma voltagem entre os eletrodos para produzir uma descarga em regime anormal (figura 2.19). Os íons positivos Ar^+ , produzidos na descarga, são acelerados contra o alvo, podendo arrancar átomos, devido a transferência de energia. Os átomos são ejetados em todas as direções, com uma distribuição cossenoidal, e, quando, parte deles, chegarem, continuamente, ao substrato e se condensarem, formam o filme do material do alvo.

2.5.5 Magnetron Sputtering

O *sputtering* convencional trabalha com voltagem alta (milhares de volts), e correntes baixas, pressões altas de 10^{-1} a 1 torr e com descargas ionizantes que se espalham por toda a câmara (BILAC, 1989).

O livre caminho médio dos átomos do gás dentro da câmara é pequeno da ordem de alguns centímetros. Os átomos ejetados do catodo sofrem muitos choques com os átomos do gás, atingindo o substrato com baixa energia, prejudicando a aderência do filme. Esse fenômeno é devido às altas pressões utilizadas neste processo. A taxa de deposição é baixa, devido à ineficiência do processo. Além disso, os elétrons secundários gerados pela própria descarga, são orientados pelo campo elétrico na

direção ao substrato, bombardeando-o e elevando a sua temperatura. Este tipo de *sputtering* é limitado a substratos resistentes a altas temperaturas (BILAC, 1989).

Uma maneira de resolver as deficiências e restrições apresentadas pelo *sputtering* convencional, é a utilização do *magnetron sputtering*. Este tipo de deposição utiliza campos magnéticos formados por ímãs permanentes ou eletros-ímãs, estrategicamente colocados junto ao catodo, para aumentar a eficiência da descarga.

A figura 2.20 (a) e (b) mostram a cinética das partículas para o *sputtering* convencional, e para o *magnetron sputtering*, respectivamente. O magnetron confina o plasma junto à superfície do catodo, por utilizar um campo magnético que curva a trajetória dos elétrons secundários. Esses percorrem trajetórias fechadas, espiralando em torno das linhas do campo magnético.

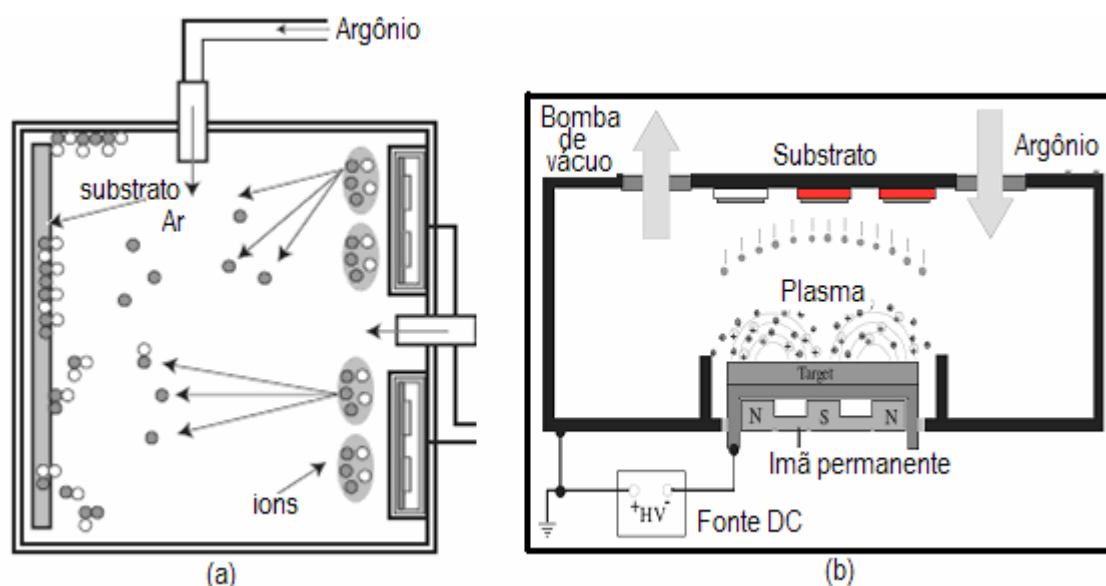


FIGURA 2.20 - Cinética de partículas (a) *sputtering* convencional (b) *magnetron sputtering*.

O campo magnético confina o plasma junto à superfície do catodo, promove um aumento da probabilidade de ionização, aumenta, em várias ordens de grandeza, a densidade do plasma na região frontal do catodo, além de reduzir a pressão de trabalho do gás para valores de 10^{-3} Torr, (figura 2.21).

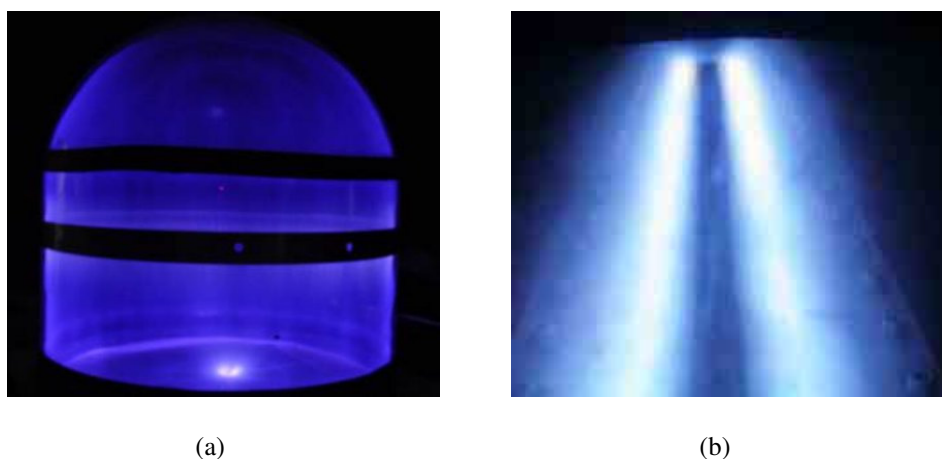


FIGURA 2.21 - Configuração do plasma (a) *sputtering* convencional (b) magnetron *sputtering*.

O maior número de íons localizados, intensifica o bombardeamento do catodo, aumenta a taxa de remoção de átomos e gera taxa de deposição de átomos, da ordem de 10^3 vezes maior que o *sputtering* convencional.

O confinamento dos elétrons impede que a maior parte acelerem até o anodo, diminuindo seu aquecimento.

O livre caminho médio dos átomos do gás dentro da câmara é bem maior do que no *sputtering* convencional, da ordem de meio metro. Os átomos ejetados do catodo sofrem poucos choques com os átomos do gás, atingindo o substrato com alta energia e, com isso, aumentam a eficiência do processo, ou seja; forma um filme denso, puro e de alta qualidade.,

2.5.6 Nucleação e Formação do Filme

As propriedades de um filme fino são determinadas pelo processo, pelos parâmetros de deposição e afetado pela superfície do substrato. Os filmes são depositados átomo a átomo, condensando-se no substrato.

A única condição termodinâmica para a condensação ocorrer é que a pressão parcial do material do filme, na fase gasosa, seja igual ou maior que sua pressão de vapor na fase condensada àquela temperatura.

Entretanto, quando a natureza química do material do filme é diferente da do substrato, considera-se a formação de uma terceira fase, a fase adsorvida, na qual os átomos de vapor são adsorvidos no substrato, mas ainda não estão combinados com outros átomos adsorvidos.

A condensação é iniciada pela formação de pequenos "*clusters*" (agrupamentos), resultantes da combinação de vários átomos adsorvidos. Estes clusters são chamados nucleídeos, e o processo de formação de clusters é chamado de nucleação. O processo de alargamento dos núcleos para finalmente formar um filme coerente é chamado crescimento. Frequentemente, nucleação e crescimento ocorrem simultaneamente durante a formação do filme.

Um filme fino cresce a partir da aglutinação dos átomos que chegam à superfície do substrato, os nucleídeos. Esses estão se formando quando átomos do alvo ou do gás bombardeiam a superfície do alvo. Os átomos mais energéticos têm capacidade de partir ou desintegrar os nucleídeos.

Os nucleídeos ou suas regiões mais estáveis permanecem no substrato, (figura 2.22). Novas partículas ao chegarem na superfície, juntam-se aos nucleídeos fazendo com que estes coalesçam. Após algumas monocamadas, os nucleídeos coalescem a ponto de iniciar a formação de filme contínuo.

A continuidade do bombardeamento fornece energia ao filme para que sejam eliminados os átomos ou clusters que não apresentem boa coesão com o filme, fazendo com que defeitos sejam eliminados, densificando e planificando a camada em formação.

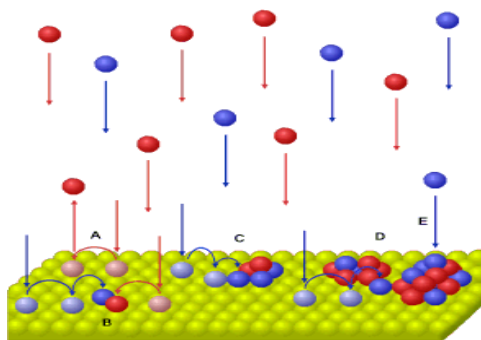


FIGURA 2.22 - Nucleação e crescimento dos filmes durante a condensação heterogênea (ANTON, 2004).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Preparação dos Filmes

A deposição dos filmes foi realizada na empresa Flabeg do Brasil Ltda, localizada em Indaiatuba, SP. Os filmes foram depositados num equipamento de deposição por *sputtering* do tipo “*In Line*”, usado normalmente para fabricar camadas refletivas de Cr usadas em espelhos retrovisores externos de uso automotivo. O esquema do equipamento esta mostrado na figura 3.1

O esquema do *sputtering* “*In Line*” consiste de:

1. Câmara de entrada com válvulas de isolamento e bombas de vácuo independentes. Estas bombas e válvulas permitem carregar o vidro nesta câmara em pressão atmosférica, passando-os para a câmara de deposição, que é mantida sempre em alto vácuo, o que melhora muito as propriedades dos filmes.
2. Câmara de saída com válvulas de isolamento e bombas de vácuo independentes. Estas bombas e válvulas permitem descarregar o vidro desta câmara para a atmosfera, mantendo sempre a câmara de deposição em alto vácuo.
3. Câmara de deposição sempre mantida em alto vácuo, com atmosfera residual bastante pura para se conseguir filmes puros. As bombas de vácuo podem manter uma pressão mínima (*base pressure*) na câmara da ordem de 8×10^{-7} Torr (depois do período de inicialização do equipamento). As válvulas intermediárias permitem a passagem dos vidros de uma câmara para outra, sempre mantendo alto vácuo nesta câmara. A pressão durante a deposição

dos filmes é mantida automaticamente em 1×10^{-3} Torr por uma válvula elétrica que admite Argônio como gás inerte.

4. *Magnetrons*: o equipamento possui três *magnetrons* que operam simultaneamente para maior produtividade do processo de deposição dos filmes.

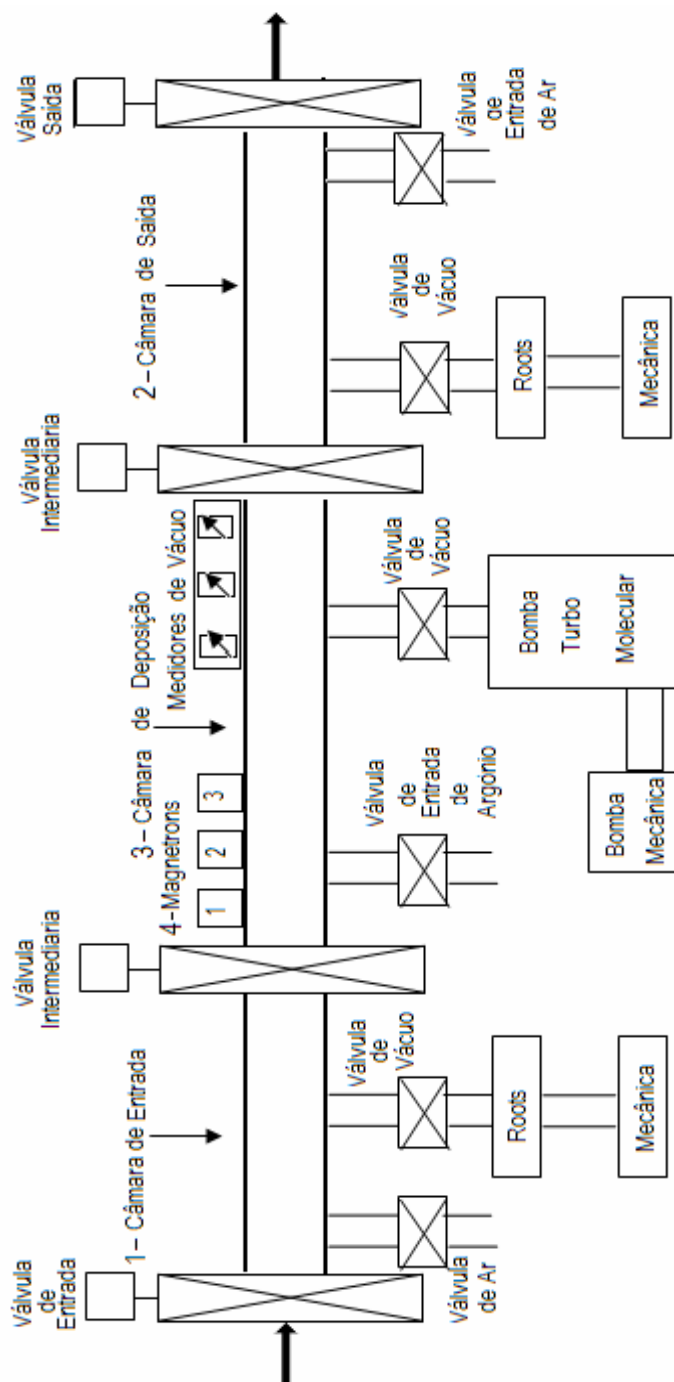


FIGURA 3.1 - Esquema do *sputtering* "In Line".

Esta máquina trabalha vinte e quatro horas por dia depositando filmes de cromo, com espessura da ordem de 1000 Å e refletividade de no mínimo 98% em 550 Å. Para isto a corrente em cada *magnetron* é mantida em 10 com voltagem de 600 V. A pressão de deposição é 1×10^{-3} Torr de Argônio e a velocidade de transporte é de 1 m/min.

O único parâmetro que era possível variar para confecção dos nossos filmes, foi a corrente do *magnetron*, para não atrapalhar a produção da fábrica.

O filme A, o mais fino, foi depositado com a menor corrente em que a descarga dos *magnetrons* ficava razoavelmente estável, era de 0,5 A. A tabela 3.1 mostra as correntes usadas nos outros filmes.

A razão de deposição do magnetron é praticamente linear em relação à corrente, logo podemos estimar, a grosso modo, que as espessuras dos filmes obtidos são mostrado na tabela 3.1.

TABELA 3.1 - Parâmetros de deposição dos filmes.

Filmes	corrente Elétrica (A)	Espessura Estimada (10^2 Å)
A	0,5	0,5
B	1,0	1
C	1,5	1,5
D	2,0	2
E	2,5	2,5

3.2. Caracterização das Amostras

Apresenta-se, neste trabalho, resultados de análises feitas para filmes de cromo depositados por *Magnetron Sputtering*. As técnicas empregadas foram:

- a) difratometria de raios X;
- b) espectroscopia na região do UV-visível;

- c) ângulo de contato;
- d) medida de resistividade e de resistência superficial;
- e) medida de temperatura de equilíbrio.

3.2.1 Difratometria de Raios X (DRX)

Realizou-se, todos os ensaios envolvendo difratometria de raios-X (DRX), em um difratômetro da marca Philips modelo X'pert (LCM/UFSC). Os parâmetros de análises foram os mesmos para todas as amostras:

- a) radiação = $\text{CuK}\alpha = 1,54056 \text{ \AA}$;
- b) tensão = 40 keV;
- c) corrente elétrica = 30 mA;
- d) passo = $0,05^\circ$;
- e) tempo por passo = 01s;
- f) ângulo de varredura = $0^\circ - 90^\circ$.

As amostras dos filmes finos de cromo sobre substrato de vidro, para o ensaio de difratometria de raios-X (DRX) foram preparadas com dimensões de um quadrado de 20 mm de aresta e 2,5 mm de espessura.

3. 2.1.1 Descrição da Técnica

A difração de raios X é reconhecida de longa data como a técnica de identificação mais importante de compostos que se apresentam na forma cristalina.

A técnica baseia-se no fenômeno de interferência que se observa quando raios-X, de mesmo comprimento de onda, são refletidos pelos planos de átomos (ou moléculas) que formam o cristal, após percorrem diferentes distâncias dentro dele.

Ocorre difração somente quando o comprimento de onda da radiação é da mesma ordem de grandeza da distância entre centros espalhadores. Essa condição segue a lei de Bragg (equação 3.1) a qual estabelece que para certos ângulos de incidência, os feixes de raios-X difratados, pela rede cristalina, estarão em fase, originando a interferência construtiva; onde: n = inteiro, λ = comprimento de onda do raio-X, d_{hkl} = distâncias entre os planos de átomos do cristal, e θ = ângulo de incidência da radiação.

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (3.1)$$

Incide-se no cristal um feixe de raios-X de comprimento de onda conhecido e, variando o ângulo de incidência, obtém-se um difratograma com linhas localizadas em determinados ângulos que irão caracterizar a estrutura cristalina e os parâmetros cristalográficos da amostra.

3.2.2 Espectroscopia de UV-Visível (Transmitância)

O ensaio de transmitância foi realizado no laboratório de ecofisiologia respiratória do departamento de Biologia da UFSC. utilizando-se o espectrofotômetro UV/VIS, da GVC Scientific Equipment Pty Ltd modelo UV/VIS 916. O equipamento ligado, levou 10 minutos para estabilizar.

As amostras, filmes de cromo sobre substrato de vidro, para o ensaio de transmitância, foram preparados com dimensões de 50 mm de comprimentos, 11 mm de largura e 2,5 mm de espessura. Foram lavados com detergente neutro em água corrente e novamente limpos com álcool 70%.

A medida do espectro de transmitância abrangeu comprimentos de ondas de 200 nm a 900 nm, e realizado, posicionando as placas de vidro na vertical e

perpendicularmente ao feixe de luz, que passa pelo compartimento de amostra do espectrofotômetro.

Os nossos olhos reagem às radiações eletromagnéticas de comprimento de onda entre 400 nm e aproximadamente 700 nm, em boas condições de iluminação.

Os nossos olhos não são uniformemente sensíveis à luz de todas as cores, e sendo a noção de cor, um pouco subjetiva, pois algumas pessoas confundem tons de verdes e azuis; e tendo a noção de que no período diurno, em boas condições de iluminação, o olho é mais sensível à luz amarelo-esverdeada de comprimento de onda aproximadamente 555 nm. Os comprimentos de ondas de luz menores ou maiores que este, a sensibilidade visual vai diminuindo pouco a pouco até aos extremos do espectro de luz visível (aproximadamente 400 nm e 700 nm) (Almeida, 2004).

A tabela 3.2 dá uma idéia aproximada da relação entre cores e comprimento de onda.

Tabela 3.2 - Percepção de cor e comprimento de onda.

Cor	Comprimento de onda (nm)
Violeta	Cerca de 400 e 440
Azul	440 e 495
Verde	495 e 580
Amarelo	580 e 600
Laranja	600 e 630
vermelho	630 a cerca de 700

Fonte: Almeida (2004).

3.2.3 Ângulo de Contato

Os ensaios de ângulo de contato foram realizados no Laboratório de Materiais Porosos e Propriedades Termodinâmicas (LMPT-EMC) da UFSC, em Florianópolis-SC através de um Goniômetro- Dataphysics -modelo OAC -15 - Contact - Angle Sistema OLA, com seringa- 500 µl - Hamilton DS500/GT- Gastight 500 -precision

syringe Pont no. 6000005 - dataphysics instruments. E agulha - SNS 052/026 Dosing needle outer - diâmetro 0.52 mm comprimento 51 mm dataphysics Pont N. 6000007, mostrado na figura 3.2.



FIGURA 3.2 - Fotografia do goniômetro usado no ensaio de ângulo de contato.

As amostras, filmes de cromo sobre substrato de vidro, para o ensaio de ângulo de contato, foram preparadas com dimensões de 50 mm de comprimento, 40 mm de largura. Foram limpas com acetona e secas, deixando-as descansar por no mínimo 20 min.

As medidas de ângulo de contato foram feitas com gotas de água, cujos volumes eram de 10 μ l, 20 μ l e 30 μ l e foram feitas medidas em três pontos distintos, para cada amostra. A taxa de deposição da água sobre a superfície foi de 0,50 μ l/s.

3.2.4 Medida de Resistividade e de Resistência Superficial.

Utilizaram-se duas técnicas para a medida de resistividade e de resistência superficial dos filmes finos de cromo sobre substrato de vidro: (1) sonda de quatro pontas e (2) resistência superficial do quadrado.

Realizaram-se as medidas de resistividade e de resistência superficial no laboratório de metrologia do CEFET-SC, com temperatura controlada em 20 ± 1 °C e umidade do

ar controlada em 50 ± 5 %, juntamente com equipamentos pertencentes ao laboratório de medidas elétricas do CEFET-SC: fonte de tensão 300V/5A (DC) marca SME modelo 1319, um micro-amperímetro marca Ganz modelo HDA-2, e um multímetro marca Metex modelo M-4650CR.

3.2.4.1 Sonda de Quatro Pontas

Foi construído um instrumento, mostrado na figura 3.3, para realização das medidas de resistividade dos filmes de cromo sobre substrato de vidro. Utilizou-se quatro eletrodos de aço temperado de 50 mm de comprimento por 0,9 mm de diâmetro, adquiridos comercialmente por agulhas de costura.

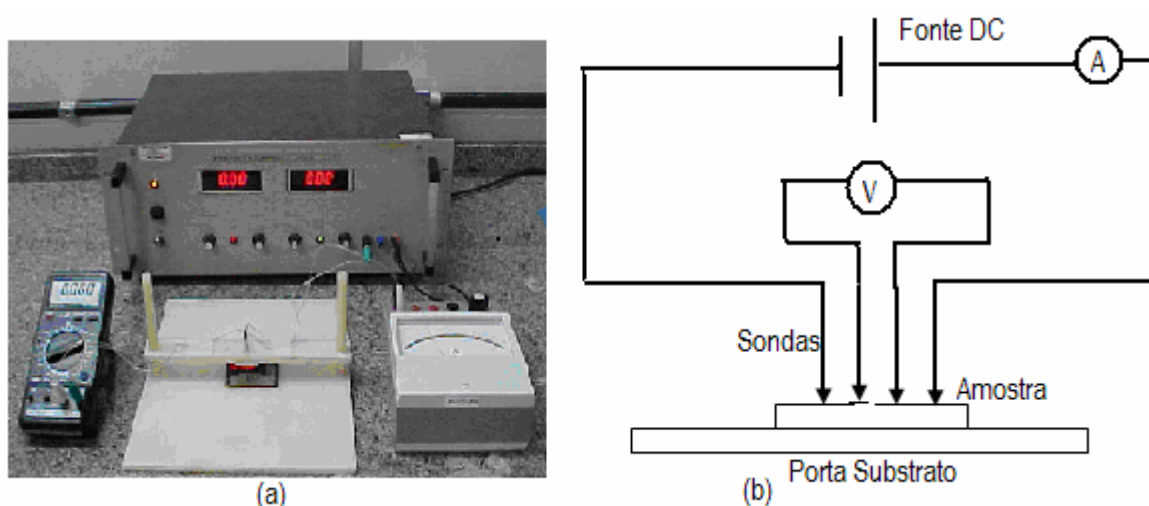


FIGURA 3.3 - (a) Fotografia do equipamento da sonda de quatro pontas, (b) Circuito elétrico.

Foram feitos quatro furos colineares de 1,0 mm de diâmetro em uma peça retangular de nylon de 22 mm de comprimento, 50 mm de largura e 10 mm de espessura. O espaçamento entre os furos é de 2 mm a partir de cada centro geométrico. Essa distância dependerá do diâmetro dos eletrodos e da precisão do serviço mecânico utilizado. O espaçamento entre eletrodos deverá ser o menor possível, pois quanto menor a distância entre eles, melhores serão os resultados experimentais, pois diminuem os erros provocados por variações nas dimensões da amostra (VALDES, 1954).

A peça retangular de nylon serviu como suporte dos eletrodos, e foi colocada em um porta-amostra com base de nylon. Para cada eletrodo fixou-se uma mola, para controlar a pressão exercida sobre a amostra; e garantir a qualidade do contato entre eles.

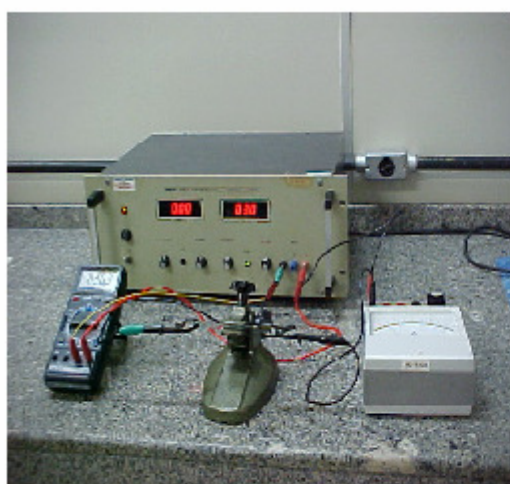
As amostras, utilizadas nesta técnica tinham dimensões de um quadrado de 200 mm de aresta e espessura de 2,5 mm. Condição necessária para serem consideradas semi-infinitas, evitando a utilização de fatores de correção.

As sondas foram colocadas sobre o filme de cromo, com pressão adequada para obter o melhor contato. Aplicavam-se valores de voltagens crescentes através da fonte DC, que foram medidas pelo voltímetro, ao mesmo tempo em que o amperímetro media os valores de corrente elétrica. Foram feitas sete medidas de corrente e voltagem para verificar o comportamento ôhmico do contato do filme de cromo.

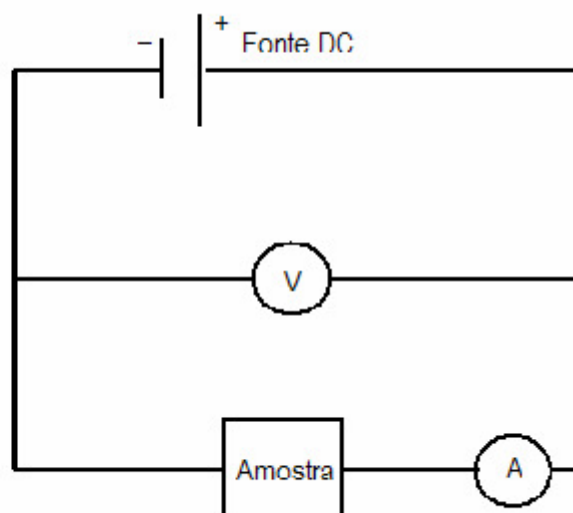
Para cada amostra; A, B, C, D e E do filme de cromo, o procedimento do parágrafo anterior, foi repetido para quatro regiões distintas, escolhida aleatoriamente, para monitorar o comportamento da resistividade do filme.

3.2.4.2 Resistência Superficial (Ohm/Quadrado)

A técnica do ohm quadrado consiste em determinar a resistência elétrica superficial de um quadrado de filme fino, utilizando um circuito simples, ou seja, uma amostra quadrada ligada em série a um amperímetro, para medida de corrente elétrica, e conectado a uma fonte de voltagem (DC); além, de um voltímetro ligado em paralelo ao circuito para medida de voltagem, como mostra figura 3.4 (a) e (b). Este procedimento pode ser feito também com um ohmímetro, mas não podemos variar a corrente para verificar a ohmicidade dos contatos.



(a)



(b)

FIGURA 3.4- (a); fotografia do circuito elétrico (b) Circuito elétrico para medida de resistência superficial (ohm/quadrado)

Esta técnica utilizou as amostras da técnica da sonda de quatro pontas, cortadas em quatro quadrados de 100 mm cada. Além disso, os contatos elétricos foram feitos com fios de estanho fixados sobre os filmes de cromo sobre substrato de vidro com tinta condutiva *Viatrônica*, e deixados secar naturalmente por, no mínimo, duas horas; ilustrado na figura 3.5.

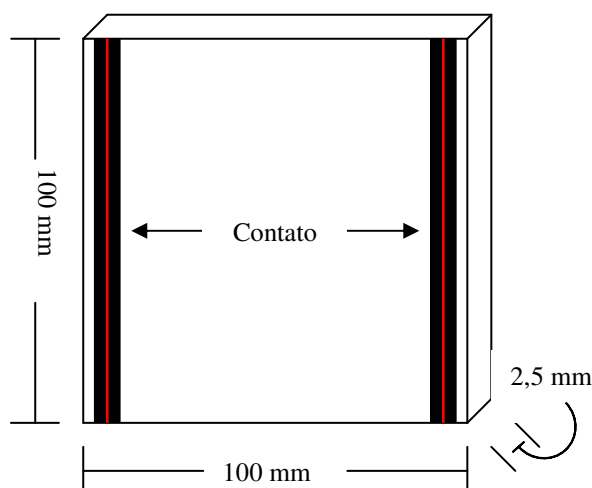


FIGURA 3.5- Representação da amostra para medida de resistência superficial pelo método ohm quadrado.

O procedimento utilizado nesta técnica consiste em medir a voltagem e a corrente elétrica pelo voltímetro e pelo amperímetro respectivamente. Foram utilizadas quatro amostras quadradas de cada filme A, B, C, D e E.

Cada amostra do quadrado do filme foi submetido a valores crescente de voltagem, num total de sete medidas, com respectiva medida da corrente elétrica, para verificar o comportamento ôhmico de cada amostra e a dispersão da medida da resistência superficial de cada filme.

3.2.5 Medida de Temperatura de Equilíbrio

As medidas de temperatura de equilíbrio foram realizadas no laboratório de metrologia do CEFET-SC, com temperatura controlada em 20 ± 1 °C e umidade do ar controlada em $50 \pm 5\%$, juntamente com equipamentos pertencentes ao laboratório de medidas elétricas do CEFET-SC: fonte de tensão 300V/5A (DC) marca SME modelo 1319, um micro-amperímetro marca Ganz modelo HDA-2, e um multímetro marca Metex modelo M-4650CR..

Para a medida de temperatura, dos filmes finos de cromo depositados sobre substrato de vidro, utilizou-se um circuito elétrico com a amostra ligada em série com um amperímetro para controle da corrente elétrica, alimentados por uma fonte de voltagem DC e um voltímetro para controle da voltagem.

Um termômetro infravermelho da marca instrutherm modelo TI-098 foi colocado sobre a amostra, a uma distância de aproximadamente 15 cm, para medir o valor da temperatura (figura 3.6).

As amostras utilizadas para este ensaio, foram as mesmas do ensaio de medida de resistência superficial na técnica ohm/quadrado (seção 3.2.4.2).

Foi aplicada uma voltagem sobre a amostra; para que a potência dissipada por efeito Joule não excedesse a 10 W, deixando aquecer até o equilíbrio térmico para então registrar a temperatura.

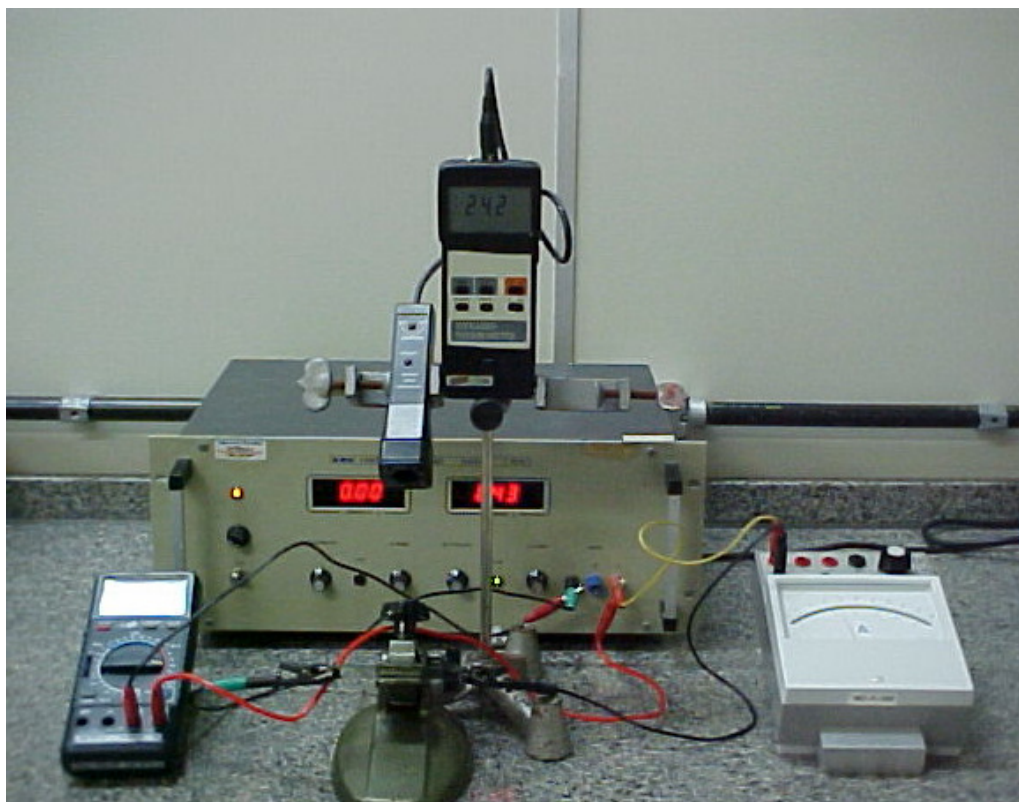


FIGURA 3.6 - Circuito elétrico com termômetro para medida de temperatura de equilíbrio.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Difractometria de Raios X

A caracterização do filme de cromo envolveu a análise da estrutura cristalina do mesmo. Para tal, foram registrados difratogramas de raios X, figura (4.1), para as amostras B, C, D e E de filmes de cromo depositado sobre substrato de vidro, com exceção do filme A por ser muito fino.

Os sinais observados nos difratogramas das amostras foram indexadas, de acordo com os índices de Miller, com base no padrão JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction standards).

O difratograma do cromo puro apresenta picos para ângulos dois teta (2θ) de $22,19^\circ$; $32,29^\circ$; $40,85^\circ$, correspondente aos planos cristalográficos de 110, 200, 211 respectivamente.

Os difratogramas das amostras B, C, D e E dos filmes de cromo apresentaram estruturas características de cromo. Foram encontrados protuberâncias nas regiões de picos de 22° , 32° e 40° , para as amostras B, C, D e E .

Os dados dos difratogramas levam a sugestão de que, o filme apresenta uma matriz amorfa com a presença de cristalitos nos planos cristalográficos correspondentes a 110, 200 e 211. Isto é exatamente o que se esperava. Os filmes finos sempre são amorfos, devido às características da deposição, apresentando uma quantidade mínima de cristais,

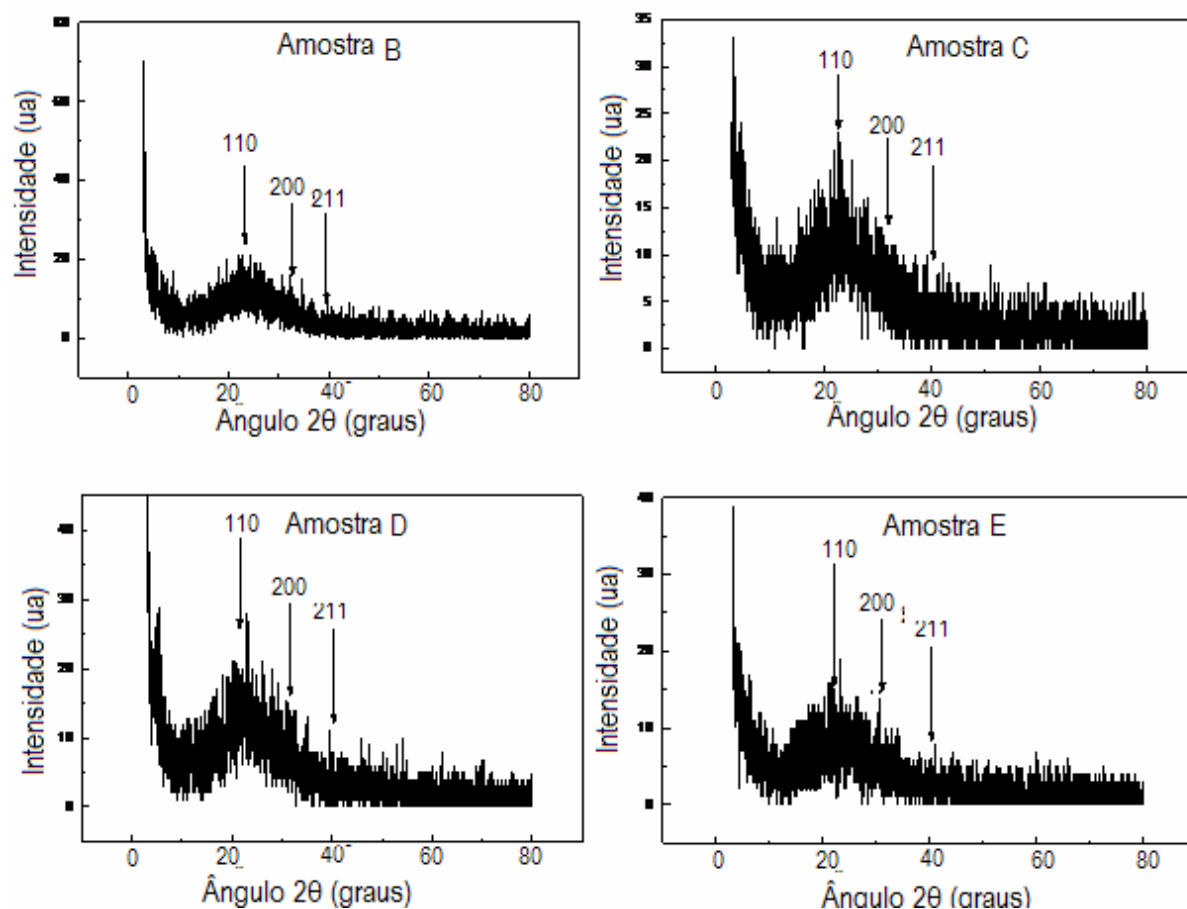
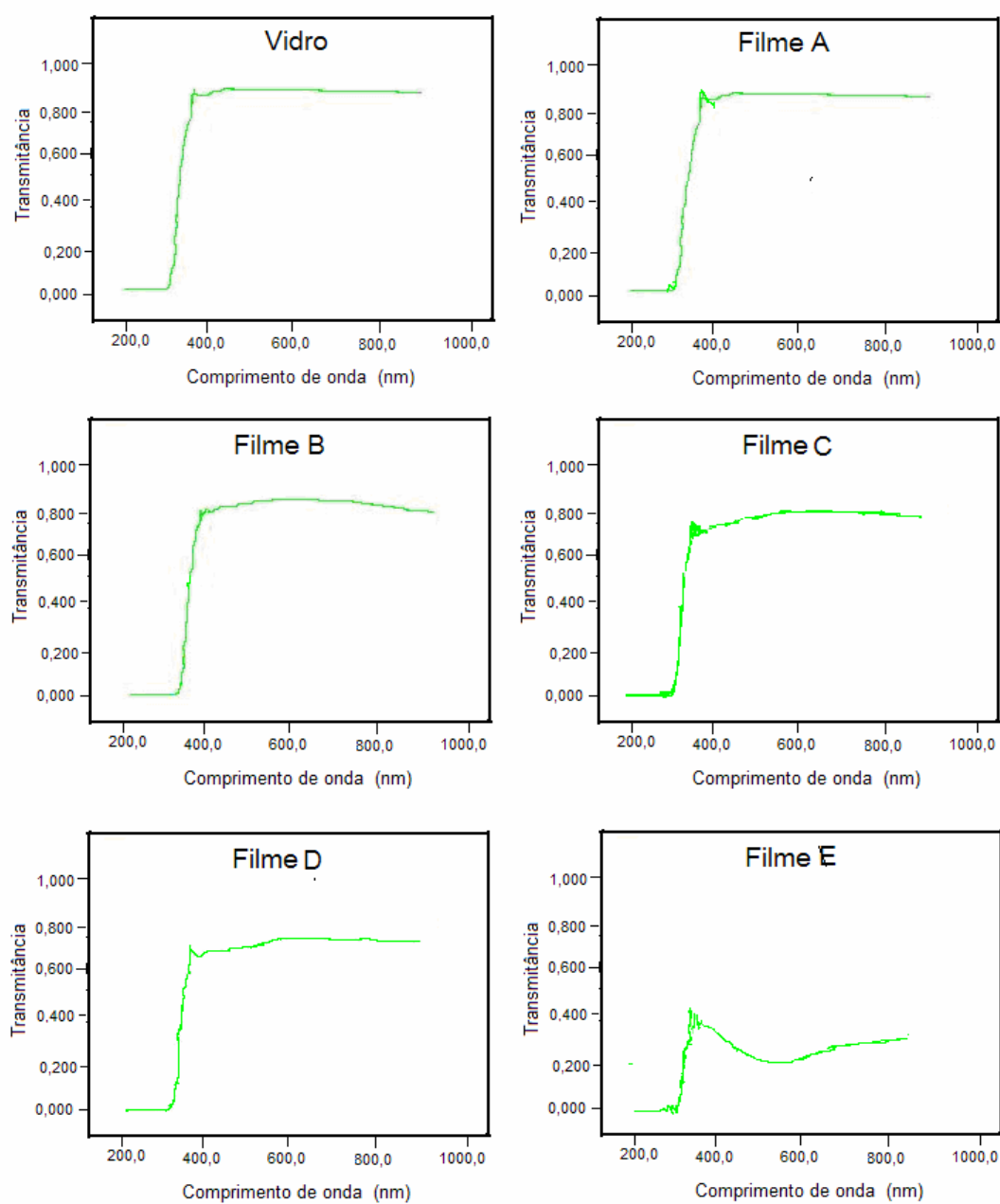


FIGURA 4.1 - Difrátogramas de Raio X para as amostras B, C, D e E.

4.2 Espectroscopia de UV-Visível (Transmitância)

Os resultados do ensaio de espectroscopia de UV-visível (transmitância) estão mostrados nos gráficos de transmitância em função do comprimento de onda das radiações visíveis, para o vidro e para os filmes A, B, C, D e E na figura 4.2. A tabela 4.1 e o gráfico de barras da figura 4.3, mostram um comparativo do percentual de transmitância, para o comprimento de 555 nm, do vidro e dos filmes.



.FIGURA 4.2 - Espectroscopia do UV-visível para o vidro e filmes de cromo A, B, C, D e E.

. TABALA 4.1 - Valores de transmitância (%) para o vidro e as amostras A, B, C, D e E.

Amostras	Transmitância (%)
Vidro	90
A	90
B	85
C	80
D	70
E	20

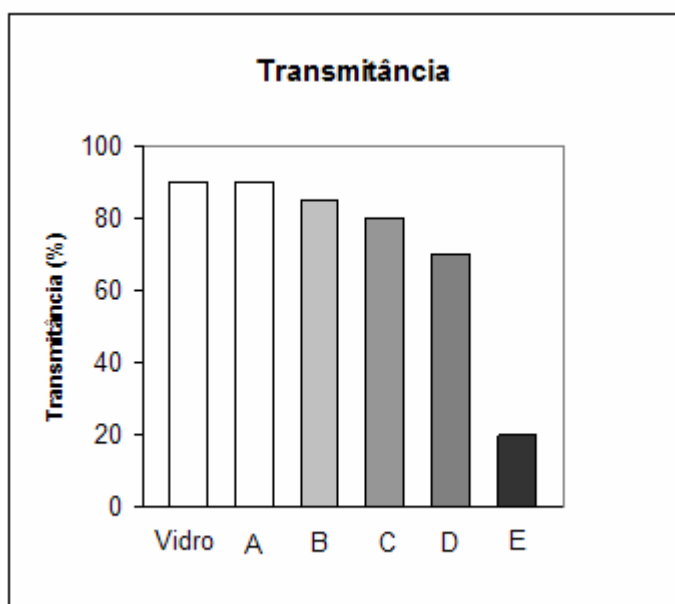


FIGURA 4.3 - Gráfico comparativo das medidas de transmitância em 555nm para as amostras vidro, A, B, C, D e E.

O filme A e o vidro apresentaram comportamento idêntico devido à espessura muito fina do filme. Observou-se uma diminuição progressiva na transmitância das amostras dos filmes B, C e D e acentuada diminuição para a amostra E, quando comparadas ao espectro de transmitância do vidro. Isto é devido ao aumento da espessura dos filmes.

Os metais são opacos, pois a radiação incidente, com frequência dentro do espectro Uv-visível, excita os elétrons para os estados não ocupados acima da energia de *fermi*, no modelo de bandas de energia citado anteriormente.

Como consequência a radiação incidente é absorvida totalmente dentro de uma camada exterior muito fina, geralmente com espessura inferior $0,1\ \mu\text{m}$. Desta forma apenas películas metálicas mais finas que $0,1\ \mu\text{m}$ são capazes de transmitir a luz visível (CALLISTER, 1994).

Os filmes de cromo apresentados neste trabalho possuem espessuras estimadas dentro de uma faixa compreendida entre $0,5 \times 10^2\ \text{\AA}$ a $2,5 \times 10^2\ \text{\AA}$, portanto muito inferior a espessura de $0,1\ \mu\text{m}$ o que explica os resultados encontrados no ensaio de espectroscopia de UV-Visível (Transmitância).

4.3 Ângulo de Contato

A tabela 4.2 mostra os valores de medidas de ângulos de contatos para os lados direito e esquerdo da gota de água. Foi calculado a média e o desvio padrão das mesmas e apresentada no gráfico da figura 4.4, para uma melhor visualização.

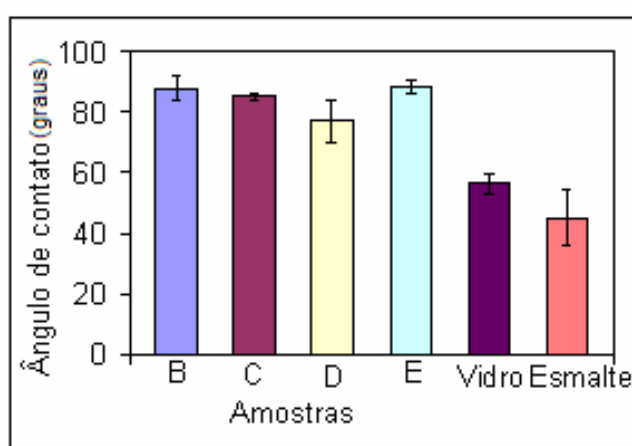


FIGURA 4.4 - Gráfico de barras representando o valor médio e o desvio padrão dos ângulos de contato entre a água e vidro, esmalte cerâmico e filmes de cromo B, C, D e E.

TABALA 4.2 - Ângulos de contato das amostras B, C, D e E, do vidro e do esmalte.

Volume	Amostra B		Amostra C		Amostra D		Amostra E		Vidro	Esmalte cerâmico	
	esq.	dir.	esq.	dir.	esq.	dir.	esq.	dir.	esq.	esq.	dir.
10µl	91,9	91,6	85,0	85,3	68,4	68,6	85,1	84,7	57,1	39,6	44,2
	89,7	89,9	84,1	84,1	85,7	86,3	90,0	90,1	49,5	55,9	52,9
	83,0	82,9	86,9	86,9	83,3	83,0	89,2	89,9	55,0	47,2	48,1
20µl	92,7	92,6	84,6	84,7	66,4	66,0	86,1	86,0	57,9	54,1	54,1
	88,6	88,5	83,7	83,3	86,8	85,5	88,2	88,0	60,8	56,1	54,6
	82,5	82,3	86,3	86,7	74,9	73,0	90,7	91,1	58,2	33,1	32,8
30µl	92,5	92,1	84,2	83,7	65,1	64,4	86,3	86,2	61,8	36,2	33,2
	87,9	87,8	82,6	81,9	86,7	86,2	86,4	86,8	53,0	36,9	37,0
	80,8	79,9	86,3	86,5	73,2	75,3	90,6	90,5	54,0	45,2	44,9
Média	87,6		84,8		76,6		88,1		56,2	44,9	
Desvio padrão	4,5		1,5		8,7		2,2		3,3	9,1	

Verificou-se um acréscimo no ângulo de contato que indica um aumento no caráter hidrofóbico da superfície do filme fino de cromo, quando comparado com as amostras de vidro e de esmalte cerâmico.

Sabe-se que a superfície hidrofóbica funciona evitando a formação de um filme contínuo de água. Todo vapor de água ou névoa salina que entrar em contato com a superfície forma pequenas gotículas isoladas, evitando a condução elétrica por não formarem uma película contínua.

O aumento do caráter hidrofóbico da superfície do filme fino de cromo, ajuda a atenuar o fenômeno de *flashover*, e portanto merece estudos sobre sua aplicação.

4.4 Medidas de Resistividade e de Resistência Superficial

As medidas de resistividade e de resistência superficial para os filmes de cromo sobre substratos de vidro, foram realizadas através do método linear de quatro pontas e o método da resistência superficial de um quadrado (ohm/quadrado) apresentados no capítulo três.

4.4.1 Resistividade medida pela Sonda de Quadro Pontas

As medidas de resistividade para os filmes finos sobre substrato de vidro, foram realizadas pelo método de quatro pontas.

Os resultados encontrados por este método estão apresentados pelos gráficos de voltagem por corrente elétrica, figura 4.5 , pela tabela 4.3, pela tabela 4.4 e pelo gráfico da figura 4.6.

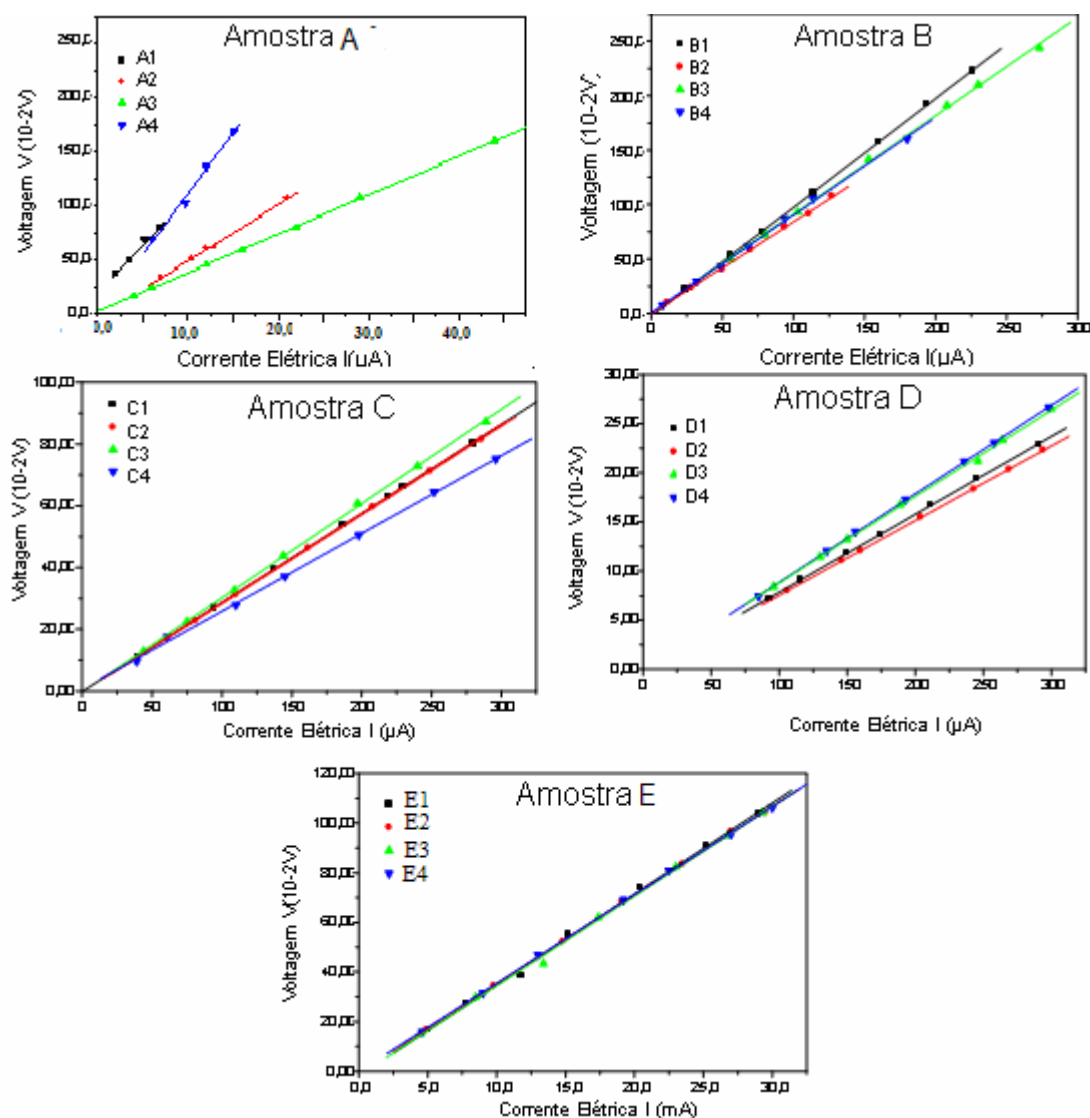


FIGURA 4.5- Representação gráfica de $V \times I$ pelo método da sonda de quatro pontas para as amostras A, B, C, D e E.

Os resultados mostraram que os filmes de cromo, apresentaram comportamento ôhmico. O comportamento ôhmico é evidenciado pela linearidade de cada série de medidas em cada região, apresentados nos gráficos da figura 4.5. Em cada amostra dos filmes pode-se observar uma boa uniformidade dos mesmos, com exceção do filme A. Este filme apresentou altos valores de dispersão.

O comportamento do filme A para as regiões onde foram feitas as medidas não se mostrou tão uniforme como os outros. Isso se deve à espessura extremamente pequena desse filme. Possivelmente esta falta de uniformidade pode ser decorrente

do processo de deposição, pois a corrente utilizada no *magnetron*, para a deposição deste filme foi muito baixa, e a descarga não permaneceu completamente estável.

Utilizou-se a equação 2.9 para determinar resistividade superficial do filme, que é igual a razão entre a resistividade do filme e a espessura do mesmo. O coeficiente angular das retas dos gráficos dos filmes A, B, C, D e E, figura 4.5, representa na equação 2.9 a razão V/I e $\frac{\pi}{\ln 2} = 4,53$ é o fator de correção para os filmes de dimensões semi-infinitas. Estes resultados estão mostrados na tabela 4.3.

TABALA 4.3 - Resistividade superficial pelo método da sonda de quatro pontas para as amostras A, B, C, D e E.

medidas	Resistividade/espessura em kΩ				
	A	B	C	D	E
1	393	45,2	13,1	3,41	0,166
2	235	38,1	13,0	3,44	0,162
3	162	42,2	13,8	3,98	0,163
4	507	40,6	11,4	4,08	0,161
Média	324	41,5	12,8	3,73	0,163
Desvio Padrão	156	2,97	1,01	0,352	0,002

Não foi passível medir a espessura dos nossos filmes de cromo, utilizando os métodos e equipamentos disponibilizados pela Universidade Federal de Santa Catarina, pois estes filmes possuem espessuras muito pequenas estimadas pelos parâmetros de deposição estando na ordem de $0,5 \times 10^2$ a $2,5 \times 10^2 \text{ \AA}$.

A tabela 4.4 apresenta os valores de resistividade dos filmes de cromo A, B, C, D e E, calculados a partir dos valores de resistividade superficial apresentadas na tabela 4.1 e os valores estimados de espessura dos filmes apresentados na tabela 3.1. Já foi demonstrado que a resistividade superficial medida pela sonda de quatro pontas é igual a resistividade do filme dividida pela espessura do mesmo.

TABALA 4.4 - Resistividade dos filmes A, B, C, D e E, pelo método da sonda de quatro pontas.

Filmes	Espessura estimada (10^2 \AA)	ρ/t (k Ω)	$\rho(10^{-3} \Omega\text{m})$
A	0,5	324	2
B	1	41,5	0,4
C	1,5	12,8	0,2
D	2	3,73	0,07
E	2,5	0,163	0,004

Os valores encontrados para a resistividade dos filmes, na tabela 4.4, apresentam comportamento teoricamente esperado. A medida que as espessuras dos filmes diminuem a resistividade aumenta rapidamente, isto pode ser visto no gráfico da figura 4.6 da resistividade verso espessura do filme.

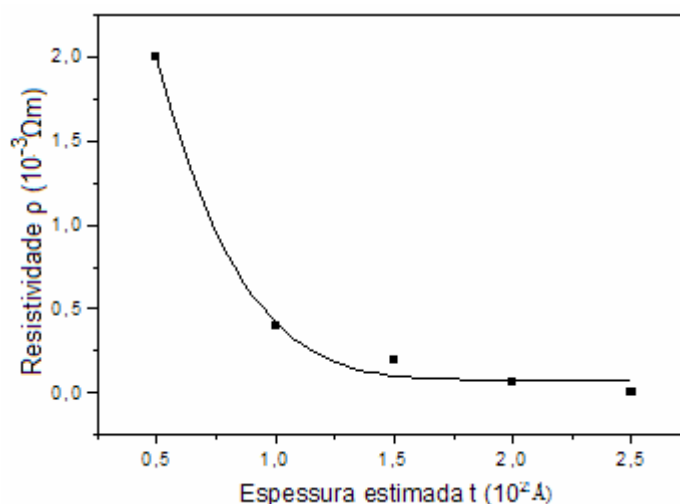


FIGURA 4.6 - Gráfico da resistividade do filmes de cromo em função da espessura.

Os resultados mostraram também que os valores da resistividade dos filmes de cromo, deste trabalho, são valores altos, quando comparados com a resistividade volumétrica do cromo ($\rho=12,7 \times 10^{-8} \Omega\text{m}$). Isto se deve ao “efeito de tamanho” que são restrições geométricas impostas ao movimento dos elétrons, quando a espessura do filme se torna menor do que o livre caminho médio do mesmo. Este resultado vai ao encontro previsto na literatura citada no capítulo 2.

4.4.2 Resistência Superficial de Um Quadrado

Os resultados encontrados por estes métodos estão apresentados pelos gráficos de voltagem por corrente elétrica figura 4.7, pelas tabelas 4.5 e 4.6 e pelo gráfico da figura 4.8.

Observa-se através dos gráficos mostrados na figura 4.7, que os filmes de cromo de uma amostra quadrada, apresentam comportamento ôhmico nos contatos. Isto pode ser visto pela linearidade das medidas obtidas para todos os filmes de cromo A, B, C, D e E.

O filme A continuou apresentando alta dispersão das medidas devido às razões citadas anteriormente.

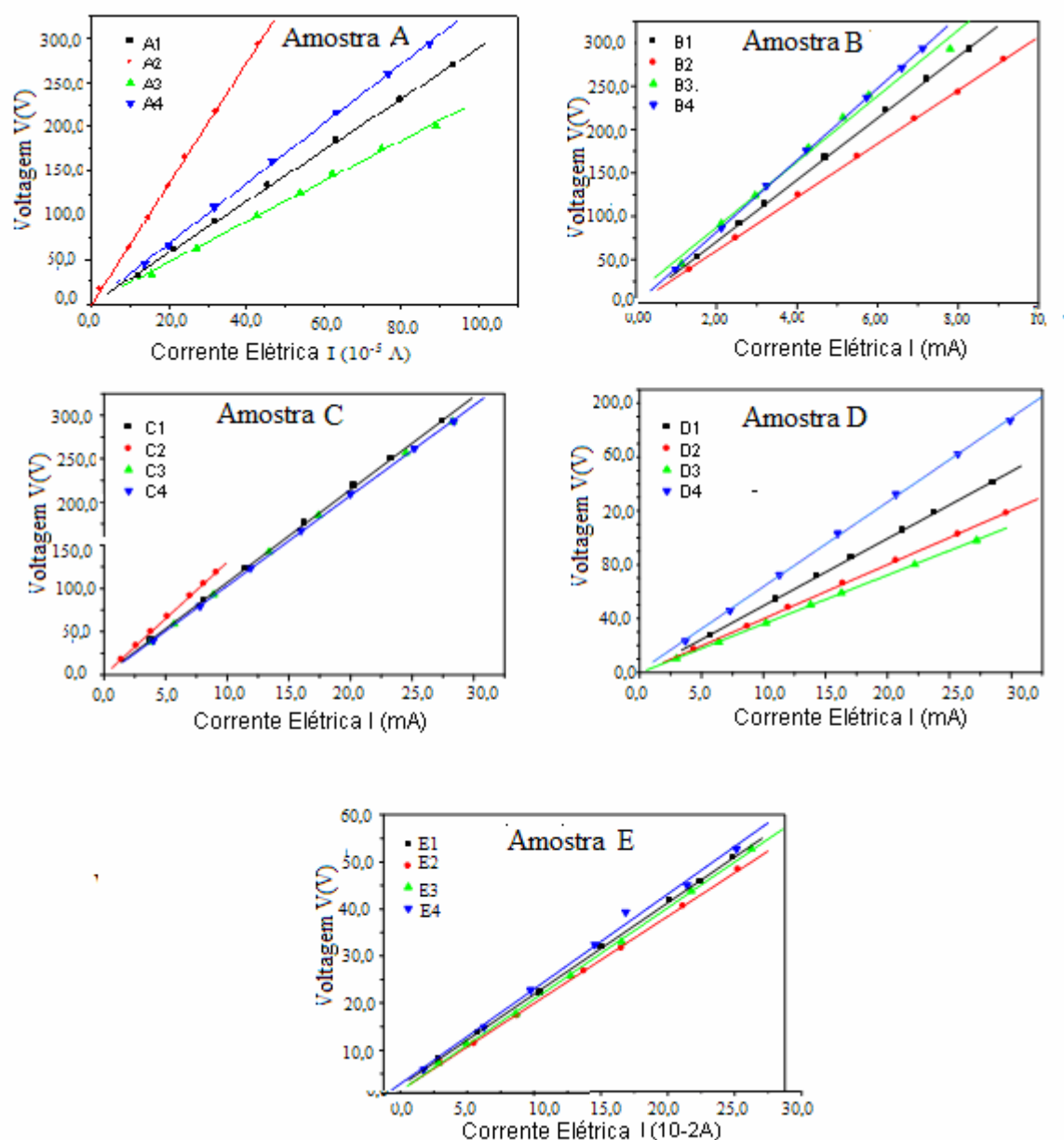


FIGURA 4.7 - Representação gráfica de $V \times I$ pelo método ohm/quadrado para as amostras A, B, C, D e E.

A tabela 4.5 apresenta os valores de resistência superficial em $k\Omega/\square$, valores estes que representam os coeficientes angulares das retas apresentadas nos gráficos da figura 4.7.

TABALA 4.5 - Resistência superficial pelo método ohm/quadrado para as amostras A, B, C, D e E.

Medidas	Resistência superficial das amostras em $k\Omega/\square$				
	A	B	C	D	E
1	288	35,6	10,7	4,99	0,194
2	679	30,8	13,0	4,02	0,185
3	228	37,9	10,4	3,63	0,194
4	336	41,4	10,4	6,27	0,202
Média	383	36,4	11,1	4,73	0,194
Desvio Padrão	202	4,44	1,26	1,18	0,01

Foi medida também a resistência superficial de filme de cromo de $1 \times 10^3 \text{ \AA}$ usado como espelho. O valor encontrado foi $15 \Omega/\square$

Como a resistência superficial é igual a resistividade do filme dividida pela a espessura, a tabela 4.6 mostra os valores calculados para a resistividade em função da espessura estimada do filme, levando-se em conta os parâmetro de deposição apresentados no capítulo 3.

TABALA 4.6 - Resistividade dos filmes A, B, C, D e E, pelo método resistência superficial de um quadrado

Filmes	Espessura estimada (10^2 \AA)	R_s ($k\Omega/\square$)	ρ ($10^{-3} \Omega m$)
A	0,5	383	2
B	1	36,4	0,4
C	1,5	16,6	0,2
D	2	9,46	0,09
E	2,5	0,485	0,005

Os resultados encontrados para os valores de resistividade dos filmes são exatamente o que esperávamos, isto é, as amostras quadradas dos filmes de cromo apresentaram o mesmo comportamento das amostras medidas pelo método das quatro pontas, comprovados pelo gráfico ($\rho \times t$) da figura 4.8.

A resistividade superficial deste filme é de $1,5 \times 10^{-6} \Omega\text{m}$, sendo uma ordem de grandeza maior que a resistividade volumétrica do cromo. Este resultado é condizente com as características dos filmes finos, onde a resistividade é sempre maior que volumétrica, por conseqüências de deposição, como tensões mecânicas e impurezas e contaminantes.

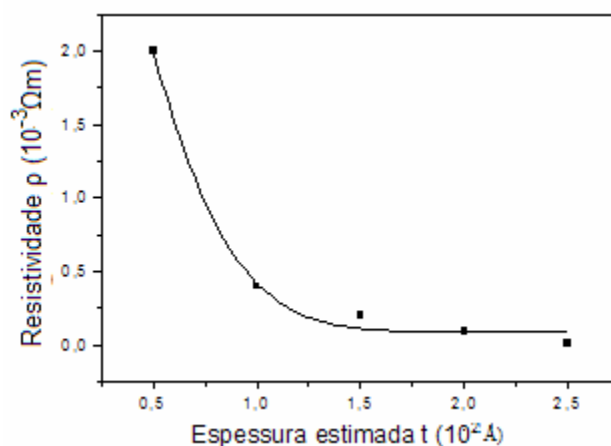


FIGURA 4.8 - Gráfica da resistividade dos filmes de cromo em função da espessura

A aplicação dos dois métodos para a determinação da resistividade e da resistência superficial dos filmes de cromo foi para dar confiabilidade aos resultados obtidos. Isto pode ser perfeitamente observado nos gráficos de barras da figura 4.9, onde são comparadas as resistividades dos filmes pelos dois métodos.

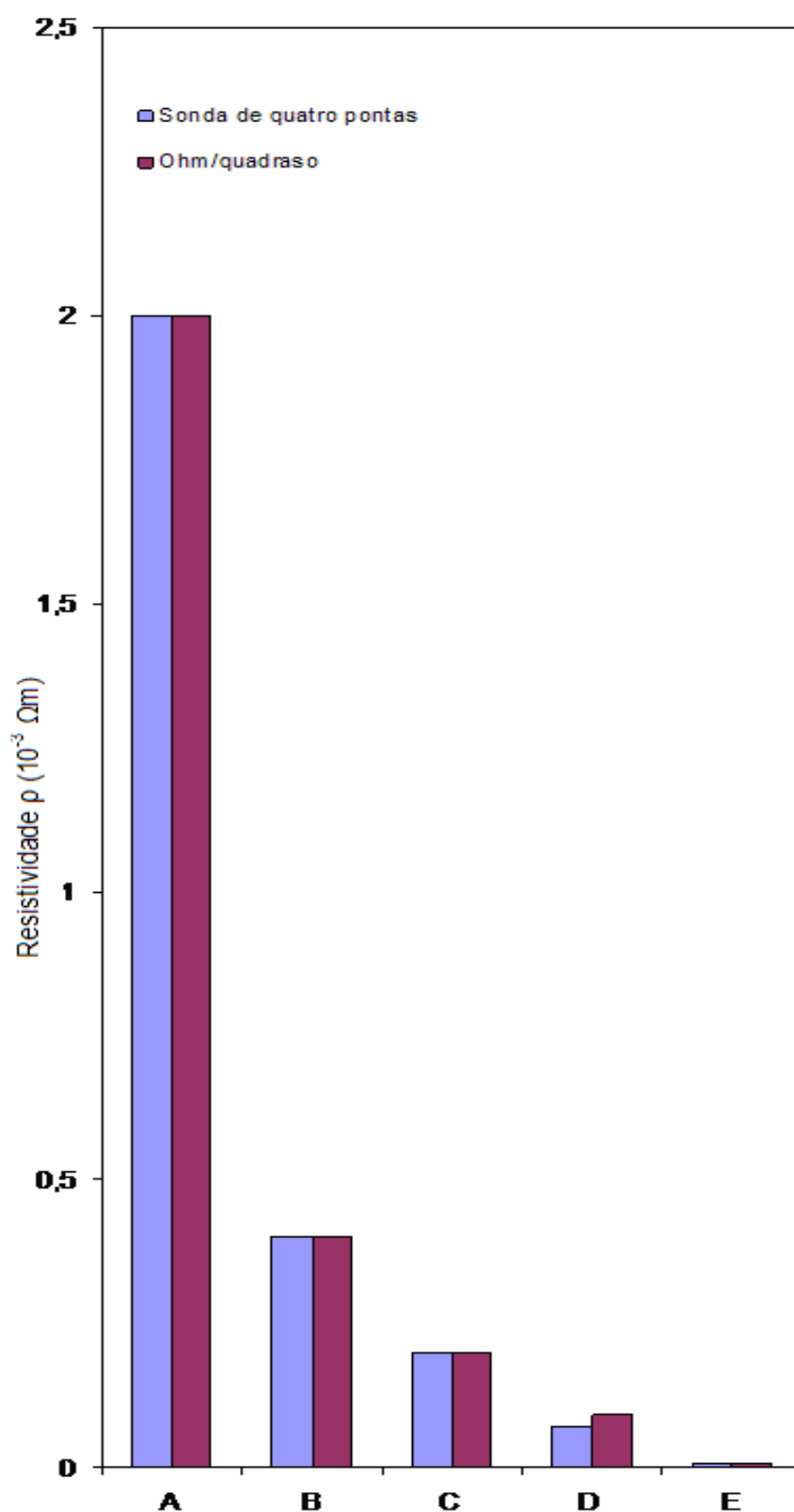


FIGURA 4.9 - Gráfico de barras comparando a resistividade dos filmes pelos métodos da sonda de quatro pontas e ohm/quadrado.

4.5 Medida de Temperatura de Equilíbrio

A tabela 4.7 mostra a temperatura de equilíbrio, as variações de temperaturas, a voltagem, a corrente elétrica aplicada e a potencia elétrica para os filmes de cromo, B, C, D e E.

A temperatura de equilíbrio, é o valor máximo da temperatura atingido pelo filme e substrato de vidro. Nos filmes de cromo a temperatura de equilíbrio foi alcançada após um tempo de seis a oito minutos de ensaio. Esta é decorrente da igualdade entre a quantidade de energia elétrica transformada em calor por efeito Joule e a quantidade de energia dissipada para o meio.

TABELA 4.7 - Temperatura de equilíbrio das amostras B, C, D e E.

Amostras	t (° C)	Δt (°C)	V (V)	I (mA)	P (W)	
B	1	30,8	9,2	302,0	7,2	2,17
	2	31,0	9,4	302,0	7,5	2,26
	3	34,2	12,6	302,0	6,0	1,81
	4	32,4	10,8	302,1	6,2	1,87
C	1	56,0	34,4	297,3	30,4	9,04
	2	53,2	31,6	301,4	19,6	5,91
	3	52,7	31,1	294,0	30,3	8,90
	4	54,0	32,4	297,0	29,8	8,85
D	1	56,7	35,1	217,3	38,2	8,26
	2	63,6	42,0	175,7	51,0	8,96
	3	59,2	37,6	206,1	45,0	9,27
	4	61,3	39,7	185,4	50,1	9,28
E	1	49,6	28,0	40,83	200,0	8,16
	2	56,0	34,4	40,21	245,0	9,85
	3	51,8	30,2	40,46	220,0	8,90
	4	50,4	28,8	40,59	215,0	8,72

A variação de temperatura é a diferença entre a temperatura de equilíbrio e a temperatura inicial da amostra, medida em 21,6 °C, ou seja, a temperatura da amostra no início do ensaio.

Para uma potência de aproximadamente 9,00 W observa-se que a variação de temperatura C, D e E ficaram em torno de 35 °C. Já para o filme B, por limitações da

fonte de voltagem foi alcançado em média apenas 2,03 W de potência elétrica. No filme A, mesmo com a fonte em máxima voltagem, não apresentou variações de temperaturas apreciáveis, figura 4.10.

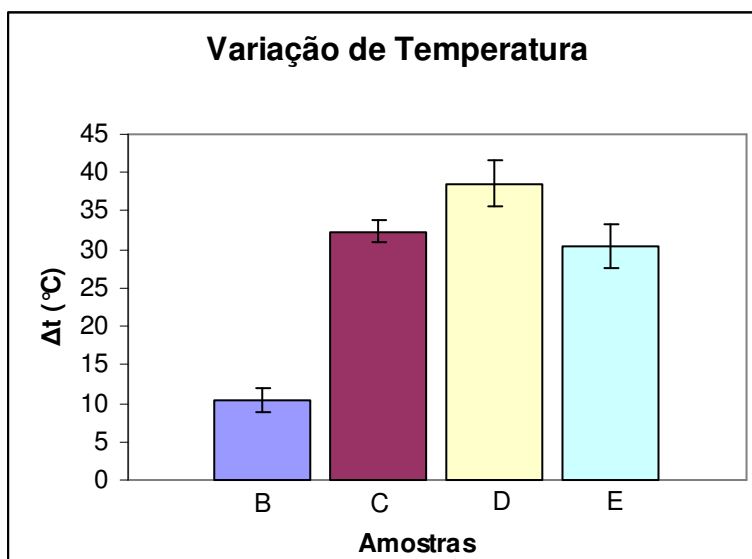


FIGURA 4.10 - Gráfico de barras representando a média da variação de temperatura dos filmes , B, C,D e E.

Nota-se que os filmes mais resistivos alcançaram a temperatura de equilíbrio utilizando maior voltagem para a mesma potência dissipada. Um indicativo de que os filmes mais resistivos, neste caso os mais finos, são os mais indicados para o uso em isoladores elétricos.

5 CONCLUSÕES E SUGETÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 Conclusões

Varias soluções vêm sendo estudadas para resolver o problema do *flashover* em isoladores de alta voltagem e algumas já estão sendo aplicadas: como a inspeção e lavagem periódicas dos isoladores, alteração da geometria ou ainda modificação do recobrimento superficial dos mesmos, com materiais semicondutores. Usam-se também isoladores feitos totalmente de polímeros repelentes a água.

Para alterar o recobrimento superficial, uma das formas é tornar a superfície hidrofóbica com o uso de borracha de silicone, graxas, teflon, etc. Esta superfície favorece a formação de gotas isoladas, evitando a formação de uma película de água contaminada com sais e poluentes.

Outra forma de modificar a superfície é torná-la fracamente condutora, com a utilização de óxidos semicondutores misturados ao esmalte cerâmico dos isoladores, como por exemplo, o óxido de estanho. Isso favorece a uniformização do potencial elétrico da superfície do isolador, e proporciona um aquecimento por efeito Joule.

Resolveu-se estudar, neste trabalho, a aplicação e o comportamento de um filme fino metálico, fracamente condutor depositado por *magnetron sputtering*. Estes depósitos foram feitos sobre placas de vidro, para posterior avaliação e possível aplicação em isoladores cerâmicos.

Vários materiais poderiam ter sido utilizados como, por exemplo: Cr, Ni, NiCr, Ta, SnO, InO₂, TaN, TiN, CrN, ZrN, ou materiais compostos como Cr + SiO₂ (cermet), etc. O utilizou-se o Cromo pela sua disponibilidade de deposição imediata na empresa Flabeg do Brasil Ltda.

A caracterização pelos ensaios citados, confirmou a formação de filmes de cromo sobre a superfície do vidro. Os filmes apresentaram espessuras muitíssimo finas, estimadas pelos valores de correntes no processo de deposição, e confirmados pelos ensaios.

Os difratogramas de raios X apresentaram filmes com uma matriz amorfa e uma pequena quantidade de cristalitos, pois os filmes depositados por *magnetron sputtering* possuem esta característica.

O ensaio de transmitância mostrou que quanto mais fino é o filme, isto é, quando o número de interações dos fótons com os elétrons de condução dos filmes de cromo diminui, mais transparente é o filme.

As medidas de resistividade e de resistência superficial pelos dois métodos propostos mostraram-se confiáveis, pois os resultados foram praticamente os mesmos.

Estas medidas permitiram concluir que os filmes de cromo apresentaram uma uniformidade razoável, com exceção do filme A.

Foram obtidos valores para a resistência elétrica dos filmes mais finos, dentro dos valores que são necessários para as aplicações em isoladores. Devido as altas voltagens (acima de 13000 V) utilizadas nas linhas de transmissão, as resistências elétricas nos “discos” dos isoladores têm que ser elevadas. Para utilização dos filmes de cromo, necessita-se que as espessuras dos mesmos sejam em torno de 50Å

Apesar da limitação dos equipamentos de medidas resistivas, podemos constatar que o aquecimento das amostras foi satisfatório, mostrando que podemos usar os filmes para aquecer o isolador a temperaturas ideais para evaporação da película de água.

Este tipo de filme apresenta propriedades elétricas que possibilita tornar a superfície do isolador “condutiva” o suficiente para uniformizar o potencial elétrico na mesma. Além disto, o aquecimento do isolador pode ser controlado pelo numero e tamanho dos “discos” do mesmo. Desta forma, o *flashover* poderá ser evitado pela uniformização do potencial elétrico e pela ação da evaporação da película de umidade acumulada na superfície do mesmo.

Outro resultado muito importante apresentado por este trabalho foi o apreciável aumento da hidrofobicidade observado nas superfícies dos filmes de cromo, em relação ao revestimento de esmalte cerâmico utilizado industrialmente. Este efeito certamente auxiliará no combate ao fenômeno do flashover, pois superfície hidrofóbica não permite a formação de películas contínuas de água, favorecendo a formação de gotículas isoladas.

A proposta apresentada por este trabalho, que é a deposição de um material fracamente condutor por magnetron sputtering, para ser aplicada em isoladores elétricos, se mostrou altamente promissora.

No entanto, existem algumas restrições para a sua concretização:

1. necessita-se, no nosso caso, filmes de cromo muito finos, da ordem de 50 Å. Esses são tão finos que sua resistência mecânica à abrasão e a resistência química são muito pequenas e os filmes não devem durar muito tempo expostos às intempéries.
2. o *design* atual dos isoladores é muito irregular e não permite a deposição uniforme por toda a sua superfície, caso se utilize o processo de deposição por *magnetron sputtering*. Para se utilizar este processo o *design* do isolador deverá ser refeito.

5.2 Sugestões para Resolver as Restrições do Processo Investigativo e Para Trabalhos Futuros

Os filmes de cromo, que apresentam problemas por causa da sua pequena espessura, podem ser substituídos por outros materiais, como: TiN, TaN, ZrN e CrN, que possuem resistividade no mínimo 10^3 vezes maiores que a do cromo. Nesse caso pode-se usar camadas mais espessas, com mais durabilidade. Além disso, estes materiais são extremamente duros, proporcionando uma boa resistência mecânica à abrasão provocadas pelo vento e partículas de areia ou poluição.

A resistência química deles também é muito grande, bem maior que a do cromo (RICKERBY, 1991).

Em relação à hidrofobicidade, estes materiais são ainda melhores que o cromo, se aproximando do silicone. Este comportamento está intimamente relacionada ao baixo coeficiente de atrito dos mesmos.

Em relação aos processos de deposição, estes materiais são facilmente depositados por outros métodos, tais como: *Spray Pirolise*, CVD ou plasma CVD. Estes métodos são mais econômicos que o *magnetron sputtering* e podem recobrir peças com qualquer formato (VOSSEN, 1991).

Em fornos contínuos, estes processos podem ser realizados como parte da linha de produção, barateando significativamente os custos de produção.

Outros materiais como; SiO_2 , InO e InSnO , também podem ser depositados pelos mesmos processos citados anteriormente. São bem conhecidos e de aplicação rotineira. Suas propriedades mecânicas são parecidas com a do cromo, mas, a resistência química é melhor, e a resistividade também é muito maior, de maneira a poderem-se usar filmes mais espessos, e conseqüentemente, mais resistente.

REFERÊNCIAS

ABDELAZIZ, E. et al. Prevention of the interruptions due to the phenomena of the electricin sulators pollution, **IEEE**, .2004. p. 493-497.

ALMEIDA, G. **Telescópio**. Lisboa: planetário, 2004.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM F43-99. Disponível em: < <http://www.astm.org>> Acesso em 25/08/2005.

ANTON, R. **Thin films and sufaces**: heterogeneous nucleation and growth.

Disponível em:

<http://www.physnet.uni-hamburg.de/iap/group_ds/research/nucleation.html>, acesso em 10/04/2005.

ASSUMPÇÃO, R. T. **Variação da resistividade elétrica de um filme fino devido à difusão de impurezas**. 1980. Dissertação (Mestrado em Física) - Instituto de Física, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1980.

BARANAUSKAS, V. **Técnicas instrumentais de caracterização de semicondutores**. Campinas: Unicamp, 1989.

BERRY, R. N.; HALL, P. M.; HARRIS, M. T. **Thin film technology**. New York: Van Nostrand Reinhold Co, 1968.

BILAC, S. A. B; FARAH, E. A. Planar magnetron sputtering: construção e aplicações. **RTS 49** Fev/Mar, 1991.

CALLISTER, W. D. **Materials science and engineering**: an introduction. New York : John Wiley and Sons, 1994.

CHAPMAN, B. **Glow discharge process**: sputtering and plasma etching. New York: John Willey and sons, 1980.

ELEUTERIO F, S. **Magnetron sputtering planar**: construção e aplicação. 1991. Dissertação (Mestrado em Física) - Instituto de Física, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1991.

FRIEDBERG, P. **Four- point probe manual**. 2002. Universidad of California. Disponível em: <<http://-inst.eecs.berkeley.edu/~ee143/f.05/lab/four-point-probe.pdf>> Acesso em 10/10/2006

FONTANA, L. C. **Estudo da deposição de filmes de Ti e TiN e desenvolvimento do sistema modificado triodo-magnetron-sputtering**. 1997. Tese (Doutorado em Engenharia), UFSC, Florianópolis, 1997.

FONTANESI, C. et al. Characterisation of the surface conductivity of glassy materials by means of impedance spectroscopy measurements. **Journal of the European Ceramic Society**, v.18.1998. p.1593-1598.

GHOSH, C. K.; PAL, A. K.. Electrical resistivity and galvanomagnetic properties of evaporated nickel films, **Journal of Applied Physics**. 1980. v. 51(4), p. 2281-2285.

GIROTTI, E.M.; SANTOS, I. A. Medidas de resistividade elétrica dc em sólidos: como efetuá-las corretamente. **Química Nova**. São Paulo, v. 25, n. 4, jul 2002.

ANEEL. Disponível em: <<http://www.aneel.gov.br>> Acesso em 25/05/2005

GOMES, M.L.; RODRIGUES, A. J. **Alisadores**. Disponível em: <<http://www.iespana.es/peasodeproyecto/aisladores.htm>>, acesso em 15/05/2005

IEC Publications 60815. Guide for the selection of Insulators in Respect of Pollution Conditions, 1986.

LIEBERMANN, J. New effective ways toward solving the problem of contamination of porcelain insulators. **Refractories and Industrial Ceramics**. 2002. v.43, n.1-2, p.55-64.

MELLO, D. R. de et al. Avaliação do grau de poluição em instalações de transmissão, subestações e distribuição. **Relatório Técnico Cepel**, 1999.

PRADO, A. J. **Análise do comportamento dinâmico do flashover em isoladores de alta tensão poluído**. 1995. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica). Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 1995.

FARIAS, R. J. C. **Resistividade elétrica de filmes finos nanoestruturados de platina e ouro**. 2004. Dissertação (Mestrado em Física), USP, São Paulo, 2004.

RICHESON, D. W. **Modern ceramic engineering**: properties, processing and use in design. 2.ed. New York: Marcel Dekker, 1992. p. 204-250.

RICKERBY, D. S.; MATTHEWS, A. **Advanced surface coatings**: a handbook of surface engineering. Glasgow: Blackie & Son, 1991. 368p

SILVA, A. O. **Estudo da obtenção de filmes de anastásio utilizando RF-magnetron sputtering**. 2000 Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). UFSC, Florianópolis, 2000.

SMITS, F.M. Measurement of sheet resistivities with the four point probe. **Bell Sys. Tech. J.** v.37,p. 711-718. 1958.

UHLIR, A. Jr ; The potentials of infinite systems of sources and numerical solutions of problems in semiconductor engineering. **Bell Sys. Tech. J.** v.34,p.105-128, jan. 1955.

VALDES, L. B. Resistivity measurements on germanium for transistors, proc. **IRE.** v.42. P 420-427, feb. 1954.

VOSSSEN, J L; KERN, W. **Thin film process II**. Boston: Academic Press Inc, 1991. 866p.